

**BEST AVAILABLE COPY**  
**PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**

(11)Publication number : 2000-178099  
(43)Date of publication of application : 27.06.2000

(51)Int.Cl. C30B 29/06

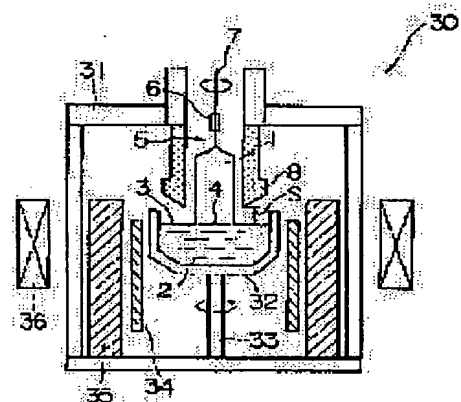
(21)Application number : 10-354447 (71)Applicant : SHIN ETSU HANDOTAI CO LTD  
(22)Date of filing : 14.12.1998 (72)Inventor : IIDA MAKOTO  
KIMURA MASAKI  
MURAOKA SHOZO

**(54) PRODUCTION OF SILICON SINGLE CRYSTAL, AND SILICON SINGLE CRYSTAL AND SILICON WATER PRODUCED WITH THE SAME**

**(57)Abstract**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To produce a silicon single crystal having extremely low defect density under stable conditions by adjusting a furnace inside structure so as to reduce the radial-directional inclination of the temperature gradient in the pulling-up direction within the crystal and also controlling the relation between the temperature gradient and the pulling-up rate.

**SOLUTION:** In this production process, as a furnace structure, an annular solid-liquid interface heat-insulating material 8 is placed above a melt surface 3 in the outer peripheral space of the liquid part in the vicinity of the solid-liquid interface of a growing single crystal bar 1, so as to be able to control a temperature region in the range of the crystal melting point to 1,4000° C, of the single crystal bar 1, in the vicinity of the melt surface 3. When some conditions other than the furnace structure are changed to cause a temperature gradient inclination in the radial direction from the periphery to the center of a single crystal, a space S between the lower end of the annular solid-liquid heat-insulating material 8 and the melt surface 3 is adjusted, for example, to a value within the range of 1 to 10 cm, to control the difference in temperature gradient between the peripheral part and the central part of the crystal. Thus, in at least a part of the crystal, extending in the growth direction, the whole surface in the radial direction of the crystal becomes an N region (neutral region) having extremely low defect density by, for example, changing the single crystal pulling-up rate, wherein the N region has no silicon atom deficiency or excess.



**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 28.11.2000  
[Date of sending the examiner's decision of rejection]  
[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]  
[Date of final disposal for application]  
[Patent number] 3601328  
[Date of registration] 01.10.2004  
[Number of appeal against examiner's decision of rejection]  
[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]  
[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-178099

(P2000-178099A)

(43) 公開日 平成12年6月27日 (2000. 6. 27)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

C 3 0 B 29/06

識別記号

5 0 2

F I

C 3 0 B 29/06

テマコード\* (参考)

5 0 2 J 4 G 0 7 7

審査請求 未請求 請求項の数17 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願平10-354447

(22) 出願日 平成10年12月14日 (1998. 12. 14)

(71) 出願人 000190149

信越半導体株式会社

東京都千代田区丸の内1丁目4番2号

(72) 発明者 飯田 誠

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半  
導体株式会社半導体磯部研究所内

(72) 発明者 木村 雅規

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半  
導体株式会社半導体磯部研究所内

(74) 代理人 100102532

弁理士 好宮 幹夫

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリコン単結晶の製造方法およびこの方法で製造されたシリコン単結晶とシリコンウエーハ

(57) 【要約】

【課題】 外乱により引上げ速度が設定値から外れた場合等のどのような単結晶製造条件の変動に対しても対応可能な修正方法や炉内構造を見出す方法を開発し、極低欠陥結晶を安定した条件下で製造する。

【解決手段】 C Z 法において結晶引上げ速度を  $V$  [mm/min] とし、結晶中の固液界面近傍の融点から  $1400^{\circ}\text{C}$  の間の温度勾配を  $G$  [ $^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ ] とした時、 $V/G$  [mm<sup>2</sup>/ $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}$ ] を縦軸に、結晶直径を横軸とした欠陥分布図において、少なくとも成長方向の一部分で結晶の径方向の全面がN領域となるようにして結晶を引上げる場合に、引上げ炉の炉内構造以外の製造条件が変動して  $G$  の径方向分布が傾斜し、そのため  $V/G$  値が径方向の全面でN領域とはならなくなった場合に、引上げ炉の炉内構造を調節して  $G$  の径方向傾斜を小さくし、 $V/G$  値を径方向の全面でN領域となるようにすることを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 チョクラスキー法によってシリコン単結晶を製造する場合において、少なくとも成長方向の一部で、結晶の径方向の全面がN-領域となるようにして結晶を引上げる場合に、引上げ炉の炉内構造以外の製造条件が変動して、結晶中の固液界面近傍の融点から1400℃の間の温度勾配G（温度変化量／結晶軸方向長さ）〔℃／mm〕の径方向分布が傾斜し、そのため結晶引上げ速度をV〔mm／min〕とした時のV／G〔mm<sup>2</sup>／℃・min〕値がN-領域となるある範囲から外れて、径方向の全面でN-領域とはならなかった場合に、引上げ炉の炉内構造を調節してGの径方向の傾斜を小さくし、V／G値を径方向の全面でN-領域となるような値にすることを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【請求項2】 前記引上げ炉の炉内構造の調節は、結晶の固液界面の外周に環状の固液界面断熱材を設けて、該断熱材下端と融液面との間隔S〔mm〕を調節することにより行うことを特徴とする請求項1に記載したシリコン単結晶の製造方法。

【請求項3】 磁場を印加するチョクラスキー法によってシリコン単結晶を製造する場合において、磁場強度の変動に対して前記炉内構造を調節することを特徴とする請求項1または請求項2に記載したシリコン単結晶の製造方法。

【請求項4】 チョクラスキー法によってシリコン単結晶を製造する場合において、結晶回転速度の変動に対して前記炉内構造を調節することを特徴とする請求項1ないし請求項3のいずれか1項に記載したシリコン単結晶の製造方法。

【請求項5】 炉内構造以外の製造条件の変動に伴いGの径方向分布が変化した時に、その製造条件で少なくとも2種類以上の炉内構造を用いて、引上げ速度を漸増させる引上げあるいは引上げ速度を漸減させる引上げを実施して、ある引上げ速度の時に、径方向の全面でN-領域となるような炉内構造を見出すことを特徴とする請求項1ないし請求項4のいずれか1項に記載したシリコン単結晶の製造方法。

【請求項6】 炉内構造以外の製造条件の変動に伴いGの径方向分布が変化した時に、その影響を正確に計算できるシュミレータを使用して解析し、径方向の全面でN-領域となる炉内構造を見出すことを特徴とする請求項1ないし請求項4のいずれか1項に記載したシリコン単結晶の製造方法。

【請求項7】 炉内構造以外の製造条件の変動に伴いGの径方向分布が変化した時に、その影響を正確に計算できない、あるいはそのような比較を行わないシュミレータを使用する場合、そのシュミレータを製造条件が変動する前に得られた実験結果に合わせ込むか、または解析結果に合うような条件を探しておいて、その条件で引き

上げた結晶の引上げ速度Vを、解析から求まるGで割った値、V／G値を比較して、欠陥分布の各境界のV／G値を定量化しておいて、次に炉内構造以外の条件が変わり、欠陥分布が変化した場合に、先に求めたV／G値と、変化した条件で新たに引上げた結晶の引上げ速度及び欠陥分布を比較して、Gの値を逆算して求め、計算G値からその条件での実際G値への補正量を計算しておいて、次に様々な炉内構造の解析を行い、その結果にこの補正を行った上で、△Gが最小となる炉内構造を探すことにより、径方向の全面がN-領域となる炉内構造を見出すことを特徴とする請求項1ないし請求項4のいずれか1項に記載したシリコン単結晶の製造方法。

【請求項8】 前記欠陥分布図において、引上げ速度を高速から低速に漸減する、あるいは引上げ速度を低速から高速に漸増する場合に、OSFリングの内側ライン、OSFリングの外側ライン、V-リッチ領域側N-領域とI-リッチ領域側N-領域の境界ラインおよび転位ループが発生し始めるラインの中の少なくとも1つ以上をV／G値により定量化しておいて、炉内構造以外の製造条件が変わった場合には、同様な引上げを行い、欠陥分布が変化した場合に、先に求めたV／G値と引上げ速度を利用して結晶径方向に各境界位置でのGの値を逆算し、計算G値からその条件での実際G値への補正量を計算しておいて、次に様々な炉内構造の解析を行い、その結果にこの補正を行った上で、△Gが最小となる炉内構造を探すことにより、径方向の全面がN-領域となる炉内構造を見出すことを特徴とする請求項1ないし請求項4のいずれか1項に記載したシリコン単結晶の製造方法。

【請求項9】 チョクラスキー法によりシリコン単結晶を製造する場合において、引上げ炉内の温度分布と引上げ速度を調節して、少なくとも結晶の径方向に形成されるN-領域を結晶の軸方向に拡大する場合に、各引上げ炉固有の最小引上げ速度変動幅△V〔mm／min〕に対応した最大の△G以下となる炉内構造により結晶を引上げることを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【請求項10】 前記各引上げ炉固有の△V〔mm／min〕に対し、 $\Delta G = -6.5 \Delta V + 0.1785$

の関係で求まる△G〔℃／mm〕値以下になるように炉内構造を調節して結晶を引上げることを特徴とする請求項9に記載したシリコン単結晶の製造方法。

【請求項11】 チョクラスキー法によってシリコン単結晶を製造する場合において、少なくとも成長方向の一部で、結晶の径方向の全面がN-領域となるようにして結晶を引上げる場合に、引上げ炉の炉内構造が変化して、温度勾配Gの径方向分布が傾斜し、そのためV／G値が、N-領域となるある範囲から外れて、径方向の全面でN-領域とはならなかった場合に、引上げ炉の炉内構造以外の製造条件を調節して、Gの径方向傾斜を

小さくし、V/G値を径方向の全面でN-領域となるような値にすることを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【請求項12】 前記調節する製造条件が、磁場強度であることを特徴とする請求項11に記載したシリコン単結晶の製造方法。

【請求項13】 前記調節する製造条件が、結晶回転速度であることを特徴とする請求項11または請求項12に記載したシリコン単結晶の製造方法。

【請求項14】 チョクラスキー法によってシリコン単結晶を製造する場合において、少なくとも成長方向の一部分で、結晶の径方向の全面がN-領域となるようにして結晶を上げる場合に、ルツボの回転速度を変更したため、N-領域を得るための結晶引き上げ速度が変化した場合には、それに応じてN-領域を得るための結晶引き上げ速度を変更することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【請求項15】 前記ルツボの回転速度を変更して全面N-領域となる結晶を上げる場合に、先ず、引き上げ速度漸減実験を行って、N-領域となる結晶引き上げ速度を実験で確認し、次いで、その確認した引き上げ速度を基準にして、結晶を育成することを特徴とする請求項14に記載したシリコン単結晶の製造方法。

【請求項16】 請求項1ないし請求項15に記載の方法で製造されたことを特徴とするシリコン単結晶。

【請求項17】 請求項16記載のシリコン単結晶から製造されたことを特徴とするシリコン単結晶ウェーハ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、結晶欠陥が少ないシリコン単結晶を製造するために、炉内構造を調節し、この炉内構造を調節するための計算方法あるいは適切な炉内構造を探索する方法に関し、これを用いてシリコン単結晶を製造する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、DRAM等の半導体回路の高集積化に伴う素子の微細化に伴い、その基板となるチョクラスキー法（以下、CZ法と略記する）で作製されたシリコン単結晶に対する品質要求が高まってきている。特に、FPD、LSTD、COP等のグローニン（Gr  
own-in）欠陥と呼ばれる酸化膜耐圧特性やデバイスの特性を悪化させる、単結晶成長起因の欠陥が存在しその密度とサイズの低減が重要視されている。

【0003】これらの欠陥を説明するに当たって、先ず、シリコン単結晶に取り込まれるベイカンシイ（Vacancy、以下Vと略記することがある）と呼ばれる空孔型の点欠陥と、インターstitial-Si、以下Iと略記することがある）と呼ばれる格子間型シリコン点欠陥のそれぞれの取り込まれる濃度を決定する因子について、一般

的に知られていることを説明する。

【0004】シリコン単結晶において、V領域とは、Vacancy、つまりシリコン原子の不足から発生する凹部、穴のようなものが多い領域であり、I領域とは、シリコン原子が余分に存在することにより発生する転位や余分なシリコン原子の塊が多い領域のことであり、そしてV領域とI領域の間には、原子の不足や余分が無い（少ない）ニュートラル（Neutral、以下Nと略記することがある）領域が存在していることになる。そして、前記グローニン欠陥（FPD、LSTD、COP等）というのは、あくまでもVやIが過飽和な状態の時に発生するものであり、多少の原子の偏りがあっても、飽和以下であれば、欠陥としては存在しないことが判ってきた。

【0005】この両点欠陥の濃度は、CZ法における結晶の引き上げ速度（成長速度）と結晶中の固液界面近傍の温度勾配Gとの関係から決まり、V領域とI領域との境界近辺にはOSF（酸化誘起積層欠陥、Oxidation Induced Stacking Fault）と呼ばれる欠陥が、結晶成長軸に対する垂直方向の断面で見た時に、リング状に分布（以下、OSFリングということがある）していることが確認されている。

【0006】これら結晶成長起因の欠陥は、例えば、通常の結晶中固液界面近傍の $\Delta G$ （結晶中心部分の温度勾配 $G_c$ 〔℃/mm〕と結晶周辺部分の温度勾配 $G_e$ 〔℃/mm〕との差を $\Delta G = |G_e - G_c|$ で表す）が大きい炉内構造（ホットゾーン：HZということがある）を使用したCZ引き上げ機で結晶軸方向に成長速度を高速から低速に変化させた場合、図6に示したような欠陥分布図として得られる。

【0007】そしてこれらを結晶径方向（面）で分類すると、図7に示したように、例えば成長速度が0.6mm/min前後以上と比較的高速の場合には、空孔タイプの点欠陥が集合したボイド起因とされているFPD、LSTD、COP等のグローニン欠陥が結晶径方向全域に高密度に存在し、これら欠陥が存在する領域はV-リッチ領域と呼ばれている（図6のライン（A）、図7（A）参照）。また、成長速度が0.6mm/min以下の場合には、成長速度の低下に伴い、OSFリングが結晶の周辺から発生し、このリングの外側に転位ループ起因と考えられているL/D（Large Dislocation：格子間転位ループの略号、LSEPD、LFPD等）の欠陥が低密度に存在し、これら欠陥が存在する領域はI-リッチ領域（L/D領域ということがある）と呼ばれている。さらに、成長速度を0.4mm/min前後以下と低速にすると、OSFリングがウェーハの中心に凝集して消滅し、全面がI-リッチ領域となる（図6のライン（C）、図7（C））。

【0008】また、最近V-リッチ領域とI-リッチ領域の中間でOSFリングの外側に、N領域と呼ばれる、

空孔起因のFPD、LSTD、COPも、転位ループ起因のLSEPD、LFDPも存在しない領域の存在が発見されている。この領域はOSFリングの外側にあり、そして、酸素析出熱処理を施し、X-ray観察等で析出のコントラストを確認した場合に、酸素析出がほとんどなく、かつ、LSEPD、LFDPが形成されるほどリッチではないI-リッチ領域側であると報告している(図6のライン(B)、図7(B)参照)。

【0009】すなわち、このN-領域は、通常の方法では、引上げ速度を高速から低速に下げた時に成長軸方向に対して斜めに存在するため、ウェーハ面内では一部分にしか存在しなかった。この欠陥に関して、ボロコフ理論(V. V. Voronkov; Journal of Crystal Growth, 59 (1982) 625~643)では、引上げ速度(V)と結晶固液界面軸方向温度勾配(G)の比であるV/Gというパラメータが点欠陥のタイプとトータルな濃度を決定すると唱えている。このことから考えると、面内(結晶の径方向)で引上げ速度はほぼ一定のはずであるから、面内でGが径方向に分布を持つために、例えば、ある引上げ速度では中心がV-リッチ領域でN-領域を挟んで周辺でI-リッチ領域となるような結晶しか得られなかった。

【0010】そこで最近、面内のGの分布を改良して、この斜めでしか存在しなかったN-領域を、例えば、引上げ速度Vを徐々に下げながら引上げた時に、ある引上げ速度でN-領域が横全面に広がった結晶が製造できるようになった。また、この全面N-領域の結晶を長さ方向へ拡大するには、このN-領域が横に広がった時の引上げ速度を維持して引上げればある程度達成できる。また、結晶が成長するに従ってGが変化することを考慮し、それを補正して、あくまでもV/Gが一定になるように、引上げ速度を調節すれば、それなりに成長方向にも、全面N-領域となる結晶が拡大できるようになった。この全面N-領域結晶にはグローニン欠陥が全く存在せず、酸化膜耐圧特性も良好である。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】通常、引上げ炉の熱(温度)分布を考える時に、炉内構造(HZ:ホットゾーンということがある)を主にして熱計算を行う。従って、今までの上記欠陥分布を検討する場合には、HZが同一であれば、他の引上げ条件を多少変更しても影響は殆どなく、目的とした品質の結晶が得られると考えていた。しかし、結晶回転速度やMCZ法の磁場強度等、特にシリコン融液の対流に影響を与えらると思われるパラメータを変更すると、例えば、引上げ速度を下げながら引上げた際に、同一HZを使用しているにも関わらず、径方向に真直ぐに存在したN-領域が、上記条件を変更した引上げでは、斜めに存在する場合があることが判明した。これらのパラメータは、ウェーハの酸素濃度その他の仕様や操業条件に応じて変更しなければならない場合

もあり、その許容限界が大きな問題となってきた。

【0012】また、このN-領域を結晶軸方向に拡大する場合、実際の操業においては、引上げ速度を、例えば結晶の直径制御のため、意図的に変化させる必要がある。さらに、結晶回転用モーターの回転速度はその仕様の範囲内ではあるが微小な変化を起こしていることが多い。そして、これらが原因となって引上げ速度が目標値から外れた場合、すなわち、V/G値が適正範囲から外れた場合に、その部分に突然グローニン欠陥が大量に発生していることがあった。これでは単結晶の歩留りが低下し、さらに欠陥発生部分は結晶の外見からは判別できず、ほぼ全品検査に近い方法で対処しており、品質保証を極めて困難にするという問題もあった。

【0013】本発明は、このような問題点に鑑みなされたもので、例えば外乱により引上げ速度が設定値から外れた場合等のどのような単結晶製造条件の変動に対しても対応可能な適切な修正方法や炉内構造を見出す方法を開発し、極低欠陥結晶を安定した条件下で生産することを目的とする。

【0014】

【課題を解決するための手段】本発明は、前記目的を達成するために為されたもので、本発明の請求項1に記載した発明は、チョクラルスキー法によってシリコン単結晶を製造する場合において、少なくとも成長方向の一部分で、結晶の径方向の全面がN-領域となるようにして結晶を引上げる場合に、引上げ炉の炉内構造以外の製造条件が変動して、結晶中の固液界面近傍の融点から1400℃の間の温度勾配G(温度変化量/結晶軸方向長さ)[℃/mm]の径方向分布が傾斜し、そのため結晶引上げ速度をV[mm/min]とした時のV/G[m<sup>2</sup>/℃・min]値がN-領域となるある範囲から外れて、径方向の全面でN-領域とはならなかった場合に、引上げ炉の炉内構造を調節してGの径方向の傾斜を小さくし、V/G値を径方を調節してGの径方向傾斜を小さくし、V/G値を径方向の全面でN-領域となるような値にすることを特徴とするシリコン単結晶の製造方法である。

【0015】このように、少なくとも成長方向の一部分で結晶の径方向の全面がN-領域となるようにして結晶を引上げる場合に、引上げ炉の炉内構造以外の製造条件が変動してGの径方向分布が傾斜し、そのためV/G値が径方向の全面でN-領域とはならなかった場合に、その修正方法として引上げ炉の炉内構造を調節してGの径方向傾斜を小さくすれば、V/G値を径方向の全面でN-領域となるようにすることができ、極低欠陥のシリコン単結晶を安定して製造することができる。

【0016】この場合、請求項2に記載したように、前記引上げ炉の炉内構造の調節は、結晶の固液界面の外周に環状の固液界面断熱材を設けて、該断熱材下端と融液面との間隔S[mm]を調節することにより行うことが

望ましい。

【0017】本発明の請求項3に記載した発明は、磁場を印加するチョクラスキー法によってシリコン単結晶を製造する場合において、磁場強度の変動に対して前記炉内構造を調節することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法である。このように、MCZ法においては、磁場強度を変動させる場合があり、この変動に対して炉内構造を適切に調節すれば径方向の全面でN-領域となるシリコン単結晶を製造することができる。

【0018】そして本発明の請求項4に記載した発明は、チョクラスキー法によってシリコン単結晶を製造する場合において、結晶回転速度の変動に対して前記炉内構造を調節することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法である。このように、結晶回転速度は、面内分布の改善等のため変動させる必要があり、この変動に対して炉内構造を適切に調節すれば径方向の全面でN-領域となるシリコン単結晶を製造することができる。

【0019】本発明の請求項5に記載した発明は、炉内構造以外の製造条件の変動に伴いGの径方向分布が変化した時に、その製造条件で少なくとも2種類以上の炉内構造を用いて、引上げ速度を漸増させる引上げあるいは引上げ速度を漸減させる引上げを実施して、ある引上げ速度のときに径方向の全面でN-領域となるような炉内構造を見出すことを特徴とするシリコン単結晶の製造方法である。このように、炉内構造以外の製造条件を固定し、複数の炉内構造を用いて引上げ実験を行い、欠陥分布図を作成して比較すれば、実際のG値が径方向の全面でフラットとなるような炉内構造を容易に選択することができる。

【0020】さらに、本発明の請求項6に記載した発明は、炉内構造以外の製造条件の変動に伴いGの径方向分布が変化した時に、その影響を正確に計算できるシュミレータを使用して解析し、径方向の全面でN-領域となる炉内構造を見出すことを特徴とするシリコン単結晶の製造方法である。

【0021】このように、製造条件の変動に伴うGの径方向分布の変化を正確に計算できるシュミレータを使用して解析するならば、変動した製造条件下での径方向の全面でN-領域となる炉内構造を多数の引上げ実験を行わなくても容易に見出すことができる。

【0022】そして、本発明の請求項7に記載した発明は、炉内構造以外の製造条件の変動に伴いGの径方向分布が変化した時に、その影響を正確に計算できない、あるいはそのような比較を行わないシュミレータを使用する場合、そのシュミレータを製造条件が変動する前に得られた実験結果に合わせ込むか、または解析結果に合うような条件を探しておいて、その条件で引き上げた結晶の引上げ速度Vを、解析から求まるGで割った値、 $V/G$ 値と比較して、欠陥分布の各境界の $V/G$ 値を定量化しておいて、次に炉内構造以外の条件が変わり、欠陥分

布が変化した場合に、先に求めた $V/G$ 値と、変化した条件で新たに引上げた結晶の引上げ速度及び欠陥分布と比較して、Gの値を逆算して求め、計算G値からその条件での実際G値への補正量を計算しておいて、次に様々な炉内構造の解析を行い、その結果にこの補正を行った上で、 $\Delta G$ が最小となる炉内構造を探すことにより、径方向の全面がN-領域となる炉内構造を見出すことを特徴とするシリコン単結晶の製造方法である。

【0023】このように、不十分な解析しか出来ないシュミレータの場合は、上記のような手順で引上げ実験結果を折り込んで計算すれば、径方向の全面がN-領域となる炉内構造を見出すことができる。これにより、全て実験により見出すよりは効率的に適切な炉内構造を見出すことが可能となる。

【0024】次に本発明の請求項8に記載した発明は、前記欠陥分布図において、引上げ速度を高速から低速に漸減する、あるいは引上げ速度を低速から高速に漸増する場合に、OSFリングの内側ライン、OSFリングの外側ライン、V-リッチ領域側N-領域とI-リッチ領域側N-領域の境界ラインおよび転位ループが発生し始めるラインの中の少なくとも1つ以上を $V/G$ 値により定量化しておいて、炉内構造以外の製造条件が変わった場合には、同様な引上げを行い、欠陥分布が変化した場合には、先に求めた $V/G$ 値と引上げ速度を利用して結晶径方向に各境界位置でのGの値を逆算し、計算G値からその条件での実際G値への補正量を計算しておいて、次に様々な炉内構造の解析を行い、その結果にこの補正を行った上で、 $\Delta G$ が最小となる炉内構造を探すことにより、径方向の全面がN-領域となる炉内構造を見出すことを特徴とするシリコン単結晶の製造方法である。このような解析と実験的手法によっても変動した製造条件下での径方向の全面がN-領域となる炉内構造を比較的容易に見出すことができる。

【0025】本発明の請求項9に記載した発明は、チョクラスキー法によりシリコン単結晶を製造する場合において、引上げ炉内の温度分布と引上げ速度を調節して、少なくとも結晶の径方向全面に形成されるN-領域を結晶の軸方向に拡大する場合に、各引上げ炉固有の最小引上げ速度変動幅 $\Delta V$  [mm/min] に対応した最大の $\Delta G$ 以下となる炉内構造により結晶を引上げること

を特徴とするシリコン単結晶の製造方法である。このようにすれば、各引上げ炉固有の引上げ速度変動幅に対応した炉内構造が特定され、結晶の径方向に形成されたN-領域を結晶の軸方向に拡大することができ、単結晶棒全域でN-領域である極低欠陥のシリコン単結晶を得ることができる。

【0026】この場合、請求項10に記載したように、前記各引上げ炉固有の $\Delta V$  [mm/min] に対し、 $\Delta G = -6.5 \Delta V + 0.1785$  の関係で求まる $\Delta G$  [°C/mm] 値以下になるように炉

内構造を調節して結晶を引上げれば、より一層安定して軸方向にN-領域を拡大した高品質のシリコン単結晶を製造することができる。

【0027】次に、本発明の請求項11に記載した発明は、チョクラルスキー法によってシリコン単結晶を製造する場合において、少なくとも成長方向の一部分で、結晶の径方向の全面がN-領域となるようにして結晶を引上げる場合に、引上げ炉の炉内構造が変動して、温度勾配Gの径方向分布が傾斜し、そのため $V/G$ 値が、N-領域となるある範囲から外れて、径方向の全面でN-領域とはならなかった場合に、引上げ炉の炉内構造以外の製造条件を調節してGの径方向傾斜を小さくし、 $V/G$ 値を径方向の全面でN-領域となるような値にすることを特徴とするシリコン単結晶の製造方法である。

【0028】このように、炉内構造の変動が原因となって径方向の全面でN-領域とはならなかった場合には、炉内構造以外の製造条件を調節してGの径方向傾斜を小さくし、 $V/G$ 値を径方向の全面でN-領域となるようにすれば、径方向の全面でN-領域となるシリコン単結晶を形成することができる。

【0029】この場合、前記調節する製造条件が、請求項12に記載したように磁場強度とすることができ、請求項13に記載したように結晶回転速度とすることができる。これらにより、シリコン融液の対流が影響され、欠陥分布を変更することができるので、これを修正に用いることができるし、またその変更、調整が容易である。

【0030】さらに、本発明の請求項14に記載した発明は、チョクラルスキー法によってシリコン単結晶を製造する場合において、少なくとも成長方向の一部分で、結晶の径方向の全面がN-領域となるようにして結晶を引上げる場合に、ルツボの回転速度を変更したため、N-領域を得るための結晶引上げ速度が変化した場合には、それに応じてN-領域を得るための結晶引上げ速度を変更することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法である。

【0031】このように、炉内構造以外の製造条件としてルツボの回転速度を変更した場合には、磁場強度や結晶回転速度の変更が温度勾配Gに与える影響とは異なり、Gの絶対値そのものが変更する、あるいは酸素濃度が変化するため、そのままの引上げ速度ではN-領域から外れてしまうので、引上げ速度を変更すれば、径方向の全面でN-領域となるシリコン単結晶を形成することができる。

【0032】この場合、請求項15に記載したように、ルツボの回転速度を変更して全面N-領域となる結晶を引上げる場合に、まず、引上げ速度漸減実験を行って、N-領域となる結晶引上げ速度を実験で確認し、次いで、その確認した引上げ速度を基準にして、結晶を育成するようにすれば、より一層安定して軸方向にN-領域

を拡大した高品質のシリコン単結晶を製造することができる。

【0033】そして、本発明の請求項16に記載した発明は、請求項1ないし請求項15に記載した方法で製造されたシリコン単結晶である。このように、前記請求項1ないし請求項15に記載した方法によってシリコン単結晶を製造すれば、たとえ外乱によって製造条件が変動し、あるいは意図的に変動を与えても、容易にかつ速やかに正常値に修復することができ、結晶の径方向の全面でN-領域となり、結晶の軸方向の広範囲でN-領域となる極低欠陥のシリコン単結晶を製造することができる。

【0034】さらに、本発明の請求項17に記載した発明は、請求項16に記載されたシリコン単結晶から製造されたシリコン単結晶ウエーハである。このように、本発明によって製造されたシリコン単結晶から作製されるシリコン単結晶ウエーハは、結晶の全面でN-領域であり、極低欠陥であるので、極めて有用なシリコンウエーハとすることができる。

【0035】以下、本発明につき詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。説明に先立ち各用語につき予め解説しておく。

1) FPD (Flow Pattern Defect) とは、成長後のシリコン単結晶棒からウエーハを切り出し、表面の歪み層を弗酸と硝酸の混合液でエッチングして取り除いた後、 $K_2Cr_2O_7$ と弗酸と水の混合液で表面をエッチング (Seccoエッチング) することによりピットおよびさざ波模様が生じる。このさざ波模様をFPDと称し、ウエーハ面内のFPD密度が高いほど酸化膜耐圧の不良が増える (特開平4-192345号公報参照)。

【0036】2) SEPD (Secco Etch Pit Defect) とは、FPDと同一のSeccoエッチングを施した時に、流れ模様 (flow pattern) を伴うものをFPDと呼び、流れ模様を伴わないものをSEPDと呼ぶ。この中で $10\mu m$ 以上の大きいSEPD (LSEPD) は転位クラスターに起因すると考えられ、デバイスに転位クラスターが存在する場合、この転位を通じて電流がリークし、P-Nジャンクションとしての機能を果たさなくなる。

【0037】3) LSTD (Laser Scattering Tomography Defect) とは、成長後のシリコン単結晶棒からウエーハを切り出し、表面の歪み層を弗酸と硝酸の混合液でエッチングして取り除いた後、ウエーハを劈開する。この劈開面より赤外光を入射し、ウエーハ表面から出た光を検出することでウエーハ内に存在する欠陥による散乱光を検出することができる。ここで観察される散乱体については学会等ですでに報告があり、酸素析出物とみなされている (Jpn. J. Appl. Phys. Vol. 32,

P3679, 1993参照)。また、最近の研究では、八面体のボイド(穴)であるという結果も報告されている。

【0038】4) COP (Crystal Originated Particle) とは、ウエーハの中心部の酸化膜耐圧を劣化させる原因となる欠陥で、SecoエッチではFPDになる欠陥が、SC-1洗浄(NH<sub>4</sub>OH:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>O=1:1:10の混合液による洗浄)では選択エッチング液として働き、COPになる。このピットの直径は1μm以下で光散乱法で調べ

【0039】5) L/D (Large Dislocation: 格子間転位ループの略号) には、LSEPD、LFDPD等があり、転位ループ起因と考えられている欠陥である。LSEPDは、上記したようにSEPDの中でも10μm以上の大きいものをいう。また、LFDPDは、上記したFPDの中でも先端ピットの大きさが10μm以上の大きいものをいい、こちらも転位ループ起因と考えられている。

【0040】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について、図面を参照しながら詳細に説明する。図1ないし図4は、結晶引上げ製造条件の変動に伴う欠陥分布を、パラメータとして結晶引上げ速度V [mm/min] を縦軸に、結晶直径を横軸として示した欠陥分布図である。図5は本発明で使用した引上げ炉の概略図である。

【0041】本発明者らは、先に特願平9-199415号で提案したように、CZ法によるシリコン単結晶成長に関し、V領域とI領域の境界近辺について、詳細に調査したところ、この境界近辺の極く狭い領域にFPD、LSTD、COPの数が著しく少なく、L/Dも存在しないニュートラルな領域があることを発見した。

【0042】そこで、このニュートラルな領域をウエーハ全面に広げることができれば、点欠陥を大幅に減らせると発想し、成長(引上げ)速度と温度勾配の関係の中で、結晶のウエーハ面内では、引上げ速度はほぼ一定であるから、面内の点欠陥の濃度分布を決定する主な因子は温度勾配である。つまり、ウエーハ面内で、軸方向の温度勾配に差があることが問題で、この差を減らすことが出来れば、ウエーハ面内の点欠陥の濃度差も減らせることを見出し、結晶中心部の温度勾配G<sub>c</sub>と結晶周辺部分の温度勾配G<sub>e</sub>との差ΔG [°C/mm] = |G<sub>e</sub> - G<sub>c</sub>| を出来るだけ小さくするように炉内構造を設定し、

炉内温度を制御して引上げ速度を調節すれば、ウエーハ全面がN領域からなる欠陥のないウエーハが得られるようになった。

【0043】しかしながら、前述したように、ΔGに影響するのは炉内構造のみならず、その他の製造条件の変動でも欠陥の発生やその分布に対する影響が極めて大きいことが判った。そこで、本発明者らは、先ず炉内構造以外のパラメータを変化させて、欠陥分布に与える影響を調査した。その結果、数あるパラメータの中で、特に印加する横磁場の強度と引上げ中の結晶回転速度を変化させた時に、欠陥分布が大きく変化していることを発見した。

【0044】具体的な調査として、引上-1は、ある炉内構造(HZ-1とする)を使用して、横磁場強度3000 Gauss、結晶回転速度15 rpmという条件で、引上げ速度を高速から低速に漸減する引上げ実験を行った。図5の本発明に使用した引上げ炉の概略図に示したように、引上げ炉30で、18インチ石英炉32に原料多結晶シリコンを40 Kgチャージし、直径6インチ、方位<100>、直胴長さ約60 cmのシリコン単結晶棒1を引上げた。炉内構造HZ-1は、結晶の固液界面4の外周に環状の固液界面断熱材8を設置し、該断熱材下端と融液面3との間に間隔S [mm] を設けたもので、Sを調節することによりGおよびΔGを制御することができる。HZ-1では、S=30 mmに設定し、結晶中心温度勾配G<sub>c</sub>=3.551 °C/mm、結晶周辺温度勾配G<sub>e</sub>=3.552 °C/mm、ΔG=0.001 °C/mmとした。なお、これらの値はFEMAG (総合伝熱解析ソフト) による計算値である。

【0045】この結果は図1の欠陥分布図に示したように、N-領域がほぼ径方向に広がって存在していた。このとき、N-領域の限界は平坦となっており、最大限に拡大されたもので、N-領域の結晶軸方向への拡大も容易であることが判る。ここで言う、N-領域とは、OSF領域(OSFリング)を含むV-リッチ領域境界線とI-リッチ領域境界線との間の領域を指している。尚、製造条件と炉内構造およびその結果の関係を表1にまとめておいた。また、欠陥分布もフラットであり、Gの面内分布もフラットであるので、このとき、計算によるG分布と実際のGが少なくとも相対的に合っていることを示す。

【0046】

【表1】



項目 実験№	横磁場強度 (Gauss)	結晶回転速度 (rpm)	炉内構造	適用結晶欠陥分布図とN- 領域の状態
引上-1	3000	15	HZ-1	図1、全面N-領域
引上-2	0	15	HZ-1	図2、全面N-領域中狭い
引上-3	3000	5	HZ-1	図3、全面N-領域無し
引上-4	0	15	HZ-2	図1、全面N-領域
引上-5	0	15	HZ-3	図4、全面N-領域
引上-6	3000	5	HZ-2	図2、全面N-領域中狭い
引上-7	3000	5	HZ-3	図1、全面N-領域
引上-8	3000	15	HZ-2	図4、全面N-領域
引上-9	3000	15	HZ-3	図4、全面N-領域

【0047】次に引上-2として、HZ-1を使用し、横磁場強度0 Gauss、結晶回転速度15 rpmという条件で、引上げ速度漸減実験を行った。この結果は、図2に示したように、OSFリングが斜めに閉じるような分布になっていた。この場合、全面N-領域となるウェーハは1枚取れるか取れないかであり、このままでは結晶軸方向への拡大も大変困難であることが判る。また、この現象をV/Gから推測すると、引上げ速度Vは一定であるから、結晶中心の温度勾配Gcを減少させ、

20 周辺のGeを増加させていることが判る。つまり、磁場強度を下げれば下げる程、Gcは小さくなり、Geは大きくなることを示唆している。逆に言えば磁場強度を上げれば上げる程、Gcは大きくなり、Geは小さくなることを意味している。

【0048】次いで、引上-3の実験を行った。HZ-1を使用し、横磁場強度3000 Gauss、結晶回転速度5 rpmという条件で、引上げ速度漸減実験を行った。この結果は、図3に示したように、引上-2と同様にOSFリングが斜めに閉じるような分布になっていた。この場合、特に全面N-領域となる部分は無く、これでは全面N-領域となる結晶は作れないことになる。Gの変化の傾向は、結晶回転速度を下げれば下げる程、Gcが下がり、Geが大きくなっていった。

【0049】磁場強度は結晶の酸素濃度等に関係し、結晶回転速度は結晶の変形や面内均一性等に関係するパラメータであるので、操業条件によっては、変更せざるを得ない場合がある。このような場合には、同一炉内構造(HZ)を使用して全面N-領域となる結晶を製造することは困難である。縦方向への安定成長は、引上-2でも困難で、引上-3では全く製造できない。

【0050】そこで、条件を変更した時のN-領域結晶の安定成長のための対策を考えた。外乱や意図的な操業条件の変化によりGが変動するのであれば、それに連動してHZを変更し、Gを調節すればよい。逆にHZを固定して操業条件を変更しGを調節することも可能である。

【0051】まずは、実験的手法により、HZを求めることにした。いずれの場合も、ΔGを小さくする方向に補正すればよいので、ΔGを変化させるのに有効な図5

に示されている間隔Sを変更してHZ-2、HZ-3の2種類の炉内構造を準備し、引上げを行った。HZ-2では、S=40 mmに設定し、HZ-3では、S=50 mmに設定した。

【0052】引上-4は、HZ-2を使用した以外は引上-2（磁場強度：0 Gauss）と同じ条件で、引上-5は、HZ-3を使用した以外は引上-2と同じ条件で、引上げ速度漸減実験を行った。引上-4の場合は、図1に近い、OSFリングがフラットになるような結晶が得られた。また、引上-5の場合は、逆にOSFが僅か逆M字型に閉じるような図4のような分布となった。引上-5の場合は、全面N-領域の範囲は狭くなってしまふ。この比較実験ではHZ-2を使用して引上げるのが、N-領域の限界も広く良いことが判った。すなわち、磁場の印加を中止するという製造条件の変動を間隔Sを変えるという炉内構造の調節により、再び図1のような理想的な欠陥分布を得ることができる。

30 【0053】次に、引上-6は、HZ-2を使用した以外は引上-3（結晶回転速度：5 rpm）と同じ条件で、引上-7は、HZ-3を使用した以外は引上-3と同じ条件で、引上げ速度漸減実験を行った。引上-6の場合は、図2に近い、全面N-領域があるが、まだOSFリングが真横に閉じないような分布になった。引上-7の場合は、図1に近いOSFリングが真横に閉じるような分布となった。この比較実験では、HZ-3を選択するのが良いということになる。

40 【0054】また、引上-8、引上-9として、引上-1の条件（横磁場強度3000 Gauss）でHZ-2、HZ-3を使用して引上げると、双方とも図4のような逆M字型に閉じるような分布になった。つまり、この場合は、逆にも言える。すなわち、ある条件で引上げたら図4のような分布になった場合は、ΔGが0またはマイナスになっているので、HZ-3からHZ-1の方向、すなわち、ΔGを大きくする方向に炉内構造を調節すればよい。

50 【0055】以上説明したように、炉内構造以外の製造条件が変化した場合に、炉内構造を追従させて行けば、どのような条件でも径方向の全面でN-領域であるシリコン単結晶ウェーハを製造することが可能となった。

【0056】以上の説明とは逆に、炉内構造の変動が原因となって径方向の全面でN-領域とはならなくなった場合には、炉内構造以外の製造条件を調節してGの径方向傾斜を小さくし、 $V/G$ 値を径方向の全面でN-領域となるようにすれば、径方向の全面でN-領域となるシリコン単結晶を形成することができる。

【0057】前記したように、径方向の全面でN-領域となる適切な炉内構造や製造条件を求めるのに実験的手法を用いてきたが、トライアンドエラー的な要素が強く、無駄な実験を数多く強いられる可能性も高く、能率が悪い。そこで、計算を用いて、磁場強度等の炉内構造以外の製造条件が変動した場合の、炉内構造の調節方法を見出す方法を検討した。

【0058】まず、炉内構造以外の磁場強度や結晶回転速度等の製造条件のGに対する影響を、相対的に正確に求められるCZ法引上げ炉内の総合伝熱解析ツールがあればそれで計算すればよい。しかし、現状のツールでは、対流を加味した状態で二次元の伝熱解析では、様々な状態のGを相対的に正確に求めることは困難であり、比較ができない場合もある。そこで、理想的な三次元シ

ミュレータがない状況での計算方法を検討した。  
【0059】まず、ある一つの条件で引上げた結果と、シュミレーションの結果を合わせこむ必要がある。或はシュミレーションの結果と合う条件を実験で見つけてもよい。ここでは、前記引上-1の条件でシュミレーションの解析結果が合うようになっている。この合う合わないの基準は、例えば、引上げ速度漸減実験時のOSF等の各欠陥分布の境界と、解析で求めたGから割り出した $V/G$ 値の分布を比較して、例えば、OSF内側のラインが $V/G$ のある一つの値で示されていれば、少なくとも相対的には合っていることになる。

【0060】計算方法は、まず、合っている条件(引上-1)で引上げ速度漸減実験を行い、OSF内側、OSF外側、N(V)/N(I)境界、I-リッチ境界等の各境界および各位置での引上げ速度Vを明確にしておく。次に結晶の長さを次々と変化させた熱解析を行ってGを算出し、この各欠陥境界と計算で求まる $V/G$ を比較して各境界を $V/G$ により定量化しておく。

【0061】この $V/G$ を使って別の実験のGを逆算して求める。例えば、引上-2の場合、OSFリングやN(V)/N(I)境界、I-リッチ境界等をまたぐような径方向の一つの線を使用して、この時の引上げ速度と先に求めた $V/G$ から、各境界との交点のGを逆算して求めた。この場合、Gの値が解析値と比較して、結晶中心で-3.7%、 $V/G$ の有効範囲の周辺(外方拡散の影響のない内側)で+1.4%となっており、引上-2の条件のGの分布が求められたことになる。

【0062】このようにして求めた補正値を使用して、今度は炉内構造の予測を行う。数種類の熱解析を行い、最後の先程求めた補正をかければほぼ正確にGの分布を

求めることができる。以上のような方法で、あくまでもGがフラットになるような、すなわち $\Delta G$ が0に近くなるような炉内構造を見出し、その炉内構造を設定して引上げれば、炉内構造以外の製造条件が変化しても全面N-領域の結晶を安定して製造できるようになった。続いて以上の方法でHZ-2の解析を行ったところ、Gは間違いなくフラットになった。

【0063】以上と同様な方法で、結晶回転速度変更時のGの補正量を算出し、その補正を加味した解析を行えば、この条件でも最適な炉内構造を見出すことが出来る。この実験にシュミレーションを合わせこむ方法もまた、どのような状況変化に対する欠陥分布の変化にも使用可能である。

【0064】次に、この径方向全面N-領域結晶の成長方向への拡大の難易性について検討した。図1の場合は全く問題は無く、軸方向への拡大は容易であり、図2のような場合は、拡大は極めて困難である。従って、出来るだけ図1のようにOSFリングが真横に閉じるような条件で操業を行うことが望ましい。

【0065】ところで、引上げ炉には、直径制御のための意図的な引上げ速度Vの制御からモーター起因の固有の引上げ速度Vの変動があり、この変動によってN-領域となる $V/G$ の範囲から外れた時にグローニン欠陥が発生する。つまり、引上げ炉の $\Delta V$ に対する $V/G$ の範囲から計算される最大許容 $\Delta G$ 以下にすれば、N-領域が確保される。この $\Delta V$ と最大許容 $\Delta G$ との関係をN-領域境界の $V/G$ から求めたところ、引上げ炉固有の $\Delta V$  [mm/min] に対し、 $\Delta G$  [°C/mm] が、 $\Delta G = -6.5 \Delta V + 0.1785$  の関係式から求まる値以下にすれば、N-領域の成長方向への拡大が安定することを発見した。

【0066】具体的には引上げ炉の $\Delta V$ が0.02 [mm/min] の時、最大許容 $\Delta G$ が0.0485 [°C/mm] 以下になれば安定することになる。そこで、 $\Delta G$ が0.1 [°C/mm] の炉内構造および操業条件(引上-8)と0.02 [°C/mm] の炉内構造および操業条件(引上-9)で、成長軸方向のGの変化を考慮して、引上げ速度を少しずつ下げながら引上げを行ったところ、引上-8では所どころでFPDやLFDP、LSE P等が発生したが、引上-9では、結晶の直胴部10cm以降はグローニン欠陥の存在しない結晶の育成に成功した。

【0067】以下、本発明で使用するCZ法による単結晶引上げ炉の構成例を図5により説明する。図5に示すように、この単結晶引上げ装置30は、引上げ室31と、引上げ室31中に設けられたルツボ32と、ルツボ32の周囲に配置されたヒータ34と、ルツボ32を回転させるルツボ保持軸33及びその回転機構(図示せず)と、シリコンの種結晶5を保持するシードチャック6と、シードチャック6を引上げるワイヤ7と、ワイヤ

7を回転又は巻き取る巻取機構(図示せず)を備えて構成されている。ルツボ32は、その内側のシリコン融液(湯)2を収容する側には石英ルツボが設けられ、その外側には黒鉛ルツボが設けられている。また、ヒータ34の外側周囲には断熱材35が配置されている。

【0068】また、本発明の製造方法に関わる製造条件を設定するために、炉内構造の例として結晶の固液界面4の外周に環状の固液界面断熱材8を設けている。この固液界面断熱材8は、その下端とシリコン融液2の湯面3との間に1~10cmの間隔Sを設けて設置される。この間隔Sは、結晶引上げ開始時のルツボの位置、原料の量によって調節することができるし、別に固液界面断熱材8自体を昇降可能に構成し、間隔Sを制御するようにしてもよい。さらに、冷却ガスを吹き付けたり、輻射熱を遮って単結晶を冷却する筒状の冷却装置(不図示)を設けることもある。別に、引上げ室31の水平方向の外側には、磁石36を設置し、シリコン融液2に水平方向の磁場を印加することによって、融液の対流を抑制し、単結晶の安定成長をはかるようにしている。

【0069】次に、上記の単結晶引上げ装置30による単結晶育成方法について説明する。まず、ルツボ32内でシリコンの高純度多結晶原料を融点(約1420°C)以上に加熱して融解する。次に、ワイヤ7を巻き出すことにより融液2の表面略中心部に種結晶5の先端を接触又は浸漬させる。その後、ルツボ保持軸33を適宜の方向に回転させるとともに、ワイヤ7を回転させながら巻き取り、種結晶5を引上げることにより、単結晶育成が開始される。以後、引上げ速度と温度を適切に調節することにより略円柱形状の単結晶棒1を得ることができる。

【0070】この場合、本発明では、本発明の目的を達成するために特に重要であるのは、炉内構造として引上げ室31の湯面3上の単結晶棒1中の液状部分の外周空間において、湯面近傍の結晶の融点から1400°Cまでの温度域が制御できるように環状の固液界面断熱材8を設けたことである。

【0071】すなわち、この炉内温度を制御するために、引上げ室31内に環状固液界面断熱材8を設け、この下端と融液表面3との間隔Sを例えば1~10cmの範囲で調節すればよい。こうすれば、上記結晶中心部分の温度勾配 $G_c$  [°C/mm]と結晶周辺部分の温度勾配 $G_e$  [°C/mm]との差 $\Delta G = |G_e - G_c|$ を制御することができる。

【0072】以上述べたシリコン単結晶の製造方法で製造されたシリコン単結晶およびこのシリコン単結晶をスライスして得られるシリコン単結晶ウエーハは、結晶の径方向で全面N-領域であり、軸方向にも拡大しているので結晶全域でN-領域であり、従ってFPD、COP等のグローニン欠陥やLSEP、LFDP等の転位クラスタがウエーハ全面内に存在しない極低欠陥品であ

る。

【0073】なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

【0074】例えば、上記実施形態においては、直径6インチのシリコン単結晶を育成する場合につき例を挙げて説明したが、本発明はこれには限定されず、直径8~16インチあるいはそれ以上のシリコン単結晶にも適用できる。また、本発明は、シリコン融液に水平磁場、縦磁場、カスプ磁場等を印加するいわゆるMCZ法にも適用できることは言うまでもない。

【0075】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、ある炉内構造の下で正常な欠陥分布を有するシリコン単結晶の引上げが行われている時、外乱あるいは意図的な製造条件の変動により欠陥分布に異常を来した場合に、炉内構造を適切に調節することによって修復可能となり、どのような条件下でも安定して全面N-領域となる結晶を引上げることができ、極低欠陥シリコン単結晶の歩留りと生産性の向上を図ることができる。また、各引上げ炉固有の最小引上げ速度振幅に対する $\Delta G$ が得られたので、炉内構造を適切に調節することによって成長方向にも安定して全面N-領域となる結晶を引上げることが可能となった。

【図面の簡単な説明】

【図1】最適引上げ条件で製造した場合の、シリコン単結晶軸方向における、結晶の径方向位置を横軸とし、引上げ速度Vを縦軸として表した諸欠陥分布図である。

【図2】図1の引上げ条件からある一条件が変動した場合の例を示す諸欠陥分布図である。

【図3】図1の引上げ条件から別のある一条件が変動した場合の例を示す諸欠陥分布図である。

【図4】図1の引上げ条件から他のある一条件が変動した場合の例を示す諸欠陥分布図である。

【図5】本発明で使用したCZ法による単結晶引上げ装置の概略説明図である。

【図6】従来の引上げ方法による単結晶軸方向における結晶の径方向位置を横軸とし、成長速度を縦軸とした場合の諸欠陥分布図である。

【図7】従来の引上げ方法における引上げ速度と結晶面内欠陥分布との関係を表した説明図である。(A)高速引上げの場合、(B)中速引上げの場合、(C)低速引上げの場合。

【符号の説明】

1...成長単結晶棒、2...シリコン融液、3...湯面、4...固液界面、5...種結晶、6...シードチャック、7...ワイヤ、8...環状固液界面断熱材、30...単結晶引上げ炉、31...引上げ室、32...ルツボ、33...ルツボ保持軸、

10

20

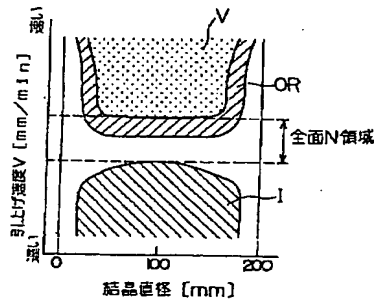
30

40

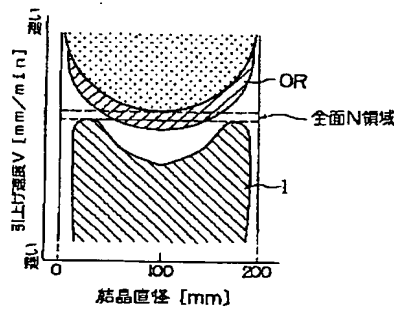
50

34…ヒータ、35…断熱材、36…磁石。S…湯面と \*…N-領域、OR…OSF領域、I…I-リッチ領域  
固液界面断熱材下端との間隔、V…V-リッチ領域、N\* (L/D領域)。

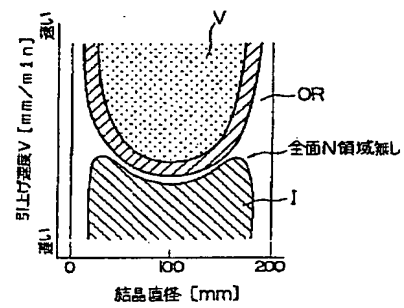
【図1】



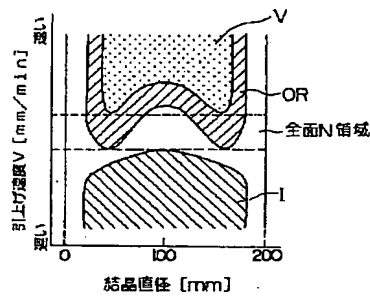
【図2】



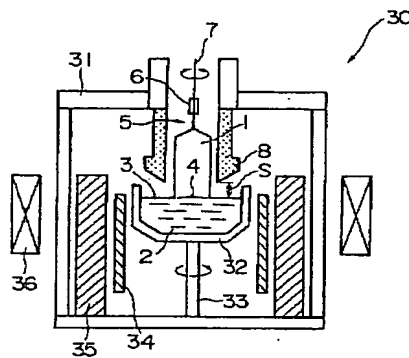
【図3】



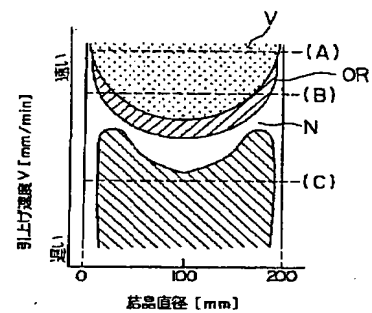
【図4】



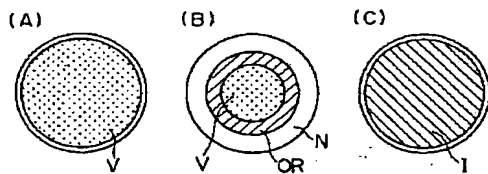
【図5】



【図6】



【図7】



フロントページの続き

(72)発明者 村岡 正三  
群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半  
導体株式会社半導体磯部研究所内

Fターム(参考) 4G077 AA02 BA04 CF10 EG25 EH06  
EH08 EH09 EJ02 PE22 PF51  
PF52 PF55 RA03

**\* NOTICES \***

**JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

**[Claim(s)]**

[Claim 1] [ when manufacturing a silicon single crystal with the Czochralski method ] at least in a part of growth direction As the whole surface of the direction of a path of a crystal serves as N-field, when pulling up a crystal, manufacture conditions other than the structure in a furnace of a pull-up furnace are changed. The direction distribution of a path of temperature gradient [ between 1400 degrees C ] G (temperature variation / crystal orientation die length) [ \*\*/mm ] inclines from the melting point near [ under crystal ] the solid-liquid interface. Therefore, it separates from a certain range where the V/G [ mm<sup>2</sup> / \*\*, and min ] value when setting a crystal pulling rate to V [ mm/min ] serves as N-field. The manufacture approach of the silicon single crystal characterized by adjusting the structure in a furnace of a pull-up furnace, making the inclination of the direction of a path of G small, and making V/G value into a value which serves as N-field all over the direction of a path when it stops becoming N-field all over the direction of a path.

[Claim 2] It is the manufacture approach of the silicon single crystal indicated to claim 1 characterized by for accommodation of the structure in a furnace of said pull-up furnace preparing an annular solid-liquid interface heat insulator in the periphery of the solid-liquid interface of a crystal, and performing it by adjusting spacing [ of this heat insulator lower limit and a melt side ] S [ mm ].

[Claim 3] The manufacture approach of the silicon single crystal indicated to claim 1 or claim 2 characterized by adjusting the structure in said furnace to fluctuation of magnetic field strength when manufacturing a silicon single crystal with the Czochralski method which impresses a magnetic field.

[Claim 4] The manufacture approach of the silicon single crystal indicated in any 1 term of claim 1 characterized by adjusting the structure in said furnace to fluctuation of a crystal rotation rate when manufacturing a silicon single crystal with the Czochralski method thru/or claim 3.

[Claim 5] When the direction distribution of a path of G changes with fluctuation of manufacture conditions other than the structure in a furnace, use at least two or more kinds of structures in a furnace on the manufacture condition, and the pull-up which makes a pull-up rate increase gradually and which pulls up or is made to dwindle a pull-up rate is carried out. The manufacture approach of the silicon single crystal indicated in any 1 term of claim 1 characterized by finding out structure in a furnace which serves as N-field all over the direction of a path at the time of a certain pull-up rate thru/or claim 4.

[Claim 6] The manufacture approach of the silicon single crystal indicated in any 1 term of claim 1 characterized by finding out the structure in a furnace which analyzes the effect using a correctly calculable simulator, and serves as N-field all over the direction of a path when the direction distribution of a path of G changes with fluctuation of manufacture conditions other than the structure in a furnace thru/or claim 4.

[Claim 7] When the direction distribution of a path of G changes with fluctuation of manufacture conditions other than the structure in a furnace When the simulator which cannot calculate the effect correctly or does not perform such a comparison is used, [ whether the simulator is doubled with the experimental result obtained before changing manufacture conditions, and ] Or look for conditions which suit an analysis result and the value, and V/G value which broke the pull-up rate V of the crystal pulled up on the condition by G which can be found from analysis is compared. V/G value previously calculated when V/G value of each boundary of defective distribution were quantified, then conditions other than the structure in a furnace changed and defective distribution changed, The

pull-up rate of a crystal and defective distribution which were newly pulled up on the conditions which changed are compared. After counting backward and calculating the value of G, calculating the amount of amendments from count G value to the actual G value in that condition, analyzing structures in a furnace various next and carrying out this amendment to that result The manufacture approach of the silicon single crystal indicated in any 1 term of claim 1 characterized by finding out the structure in a furnace where the whole surface of the direction of a path serves as N-field by looking for the structure in a furnace where  $G$  becomes min thru/or claim 4.

[Claim 8] In said defective distribution map, dwindle a pull-up rate at a low speed from a high speed, or when increasing a pull-up rate gradually at a high speed from a low speed At least one or more in Rhine which boundary Rhine of inside Rhine of an OSF ring, outside Rhine of an OSF ring, a V-rich field side N-field, and an I-rich field side N-field and a dislocation loop begin to generate are quantified with  $V/G$  value. When manufacture conditions other than the structure in a furnace change When the same pull-up is performed and defective distribution changes, pull up with  $V/G$  value calculated previously, and the value of G in each boundary location is counted backward in the direction of the diameter of a crystal using a rate. After calculating the amount of amendments from count G value to the actual G value in that condition, analyzing structures in a furnace various next and carrying out this amendment to that result The manufacture approach of the silicon single crystal indicated in any 1 term of claim 1 characterized by finding out the structure in a furnace where the whole surface of the direction of a path serves as N-field by looking for the structure in a furnace where  $G$  becomes min thru/or claim 4.

[Claim 9] The manufacture approach of the silicon single crystal characterized by to pull up with the temperature distribution in a pull-up furnace, to adjust a rate when manufacturing a silicon single crystal with the Czochralski method, and to pull up a crystal according to the structure in a furnace which becomes below the greatest  $G$  corresponding to minimum pull-up rate range-of-fluctuation  $G$  of each pull-up furnace proper ]  $V$  [mm/min] when expanding N-field formed in the direction of a path of a crystal at least to the shaft orientations of a crystal.

[Claim 10] The manufacture approach of the silicon single crystal indicated to claim 9 characterized by adjusting the structure in a furnace and pulling up a crystal so that it may become below the  $G$  value to  $V$  [mm/min] of each of said pull-up furnace proper. [  $G$  which can be found due to  $G = -6.5V + 0.1785$  ]

[Claim 11] [ when manufacturing a silicon single crystal with the Czochralski method ] at least in a part of growth direction As the whole surface of the direction of a path of a crystal serves as N-field, when pulling up a crystal, the structure in a furnace of a pull-up furnace changes. The direction distribution of a path of a temperature gradient  $G$  inclines, therefore when it separates from a certain range where  $V/G$  value serves as N-field and N-field stops becoming all over the direction of a path, manufacture conditions other than the structure in a furnace of a pull-up furnace are adjusted. The manufacture approach of the silicon single crystal characterized by making the direction inclination of a path of  $G$  small, and making  $V/G$  value into a value which serves as N-field all over the direction of a path.

[Claim 12] The manufacture approach of the silicon single crystal indicated to claim 11 to which said manufacture conditions to adjust are characterized by being magnetic field strength.

[Claim 13] The manufacture approach of the silicon single crystal indicated to claim 11 or claim 12 to which said manufacture conditions to adjust are characterized by being a crystal rotation rate.

[Claim 14] The manufacture approach of the silicon single crystal characterized by changing the crystal pulling rate for obtaining N-field according to it when the crystal pulling rate for obtaining N-field changes, since the rotational speed of a crucible was changed when pulling up a crystal, as the whole surface of the direction of a path of a crystal became N-field at least in a part of growth direction, when a silicon single crystal was manufactured with the Czochralski method.

[Claim 15] The manufacture approach of the silicon single crystal which conducted the pull-up rate gradual decrease experiment, checked the crystal pulling rate used as N-field in the experiment first, and was subsequently indicated to claim 14 characterized by the checked thing [ pulling up and raising a crystal on the basis of a rate ] when pulling up the crystal which changes the rotational speed of said crucible and serves as a whole surface N-field.

[Claim 16] The silicon single crystal characterized by being manufactured by claim 1 thru/or the approach according to claim 15.

[Claim 17] The silicon single crystal wafer characterized by being manufactured from a silicon single crystal according to claim 16.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

**JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the approach of manufacturing a silicon single crystal using this, about the approach of searching for the count approach for adjusting the structure in a furnace and adjusting the structure in this furnace, or the suitable structure in a furnace, in order to manufacture a silicon single crystal with few crystal defects.

[0002]

[Description of the Prior Art] In recent years, the quality demand to the silicon single crystal produced with the Czochralski method (it is hereafter written as a CZ process) used as the substrate has been increasing with detailed-izing of the component accompanying high integration of semiconductor circuits, such as DRAM. The defect of a single crystal growth reason in which the oxide film proof-pressure property especially called grown-in (Grown-in) defects, such as FPD, LSTD, and COP, and the property of a device are worsened exists, and importance is attached to reduction of the consistency and size.

[0003] In explaining these defects, it explains being known generally about the factor which determines each concentration of the point defect of the hole mold first called the Vacancy (it may outline Vacancy and Following V) incorporated by the silicon single crystal, and the mold silicon point defect between grids called Interstitial-Si (it may outline Interstitial-Si and Following I) incorporated.

[0004] In a silicon single crystal, V fields are Vacancy, i.e., the crevice generated from lack of a silicon atom, and a field with many things like a hole. With an I region It is the thing of a field with many lumps of the rearrangement and the excessive silicon atom which are generated when a silicon atom exists too much. Between V field and an I region The neutral (it may outline Neutral and Following N) field without lack of an atom or an excess (few) will exist. And with [ even if said grown-in defects (FPD, LSTD, COP, etc.) occur when V and I are in a condition / \*\*\*\*\*/ to the last, and it has the bias of some atoms ] saturation [ below ], it has turned out that it does not exist as a defect.

[0005] The concentration of both this point defect is decided from the pull-up rate (growth rate) of the crystal in a CZ process, and relation with the temperature gradient G near [ under crystal ] the solid-liquid interface. The defect called OSF (an oxidation induction stacking fault, Oxidation Induced Stacking Fault) near [ boundary ] V field and an I region When it sees in the cross section of the perpendicular direction to a crystal growth shaft, being distributed in the shape of a ring (it being hereafter called an OSF ring) is checked.

[0006] The defect of these crystal growth reason for example \*\*G near the solid-liquid interface (the difference of the temperature gradient Gc of a crystal center part [\*\*/mm] and the temperature gradient germanium of a crystal circumference part [\*\*/mm] is expressed with \*\*G=|germanium-Gc|) during the usual crystal the large structure in a furnace (hot zone: it may be called HZ) When a crystal orientation changes a growth rate from a high speed to a low speed with used CZ pull-up machine, it is obtained as a defective distribution map as shown in drawing 6 .

[0007] And the field where grown-in defects, such as FPD considered as the void reason to which hole type point defects gathered when a growth rate was a high speed comparatively with the above before and after 0.6 mm/min when these were classified according to the direction of the diameter of



a crystal (field) as it was shown in drawing 7 for example, LSTD, and COP, exist in high density throughout the direction of the diameter of a crystal, and these defects exist is called the V-rich field (refer to Rhine (A) and drawing 7 (A) of drawing 6 ). Moreover, when a growth rate is 0.6 or less mm/min, the field where an OSF ring is generated from the circumference of a crystal, the defect of ratios of length to diameter (Large Dislocation: the cable address of the dislocation loop between grids, LSEPD, LFPD, etc.) considered to be dislocation loop reasons by the outside of this ring exists in a low consistency with the fall of a growth rate, and these defects exist is called the I-rich field (it may be called a ratio-of-length-to-diameter field). Furthermore, if a growth rate is made into a low speed below 0.4 mm/min order, an OSF ring will condense and disappear at the core of a wafer, and the whole surface will serve as an I-rich field (Rhine (C) of drawing 6 , drawing 7 (C)).

[0008] Moreover, the existence of the field where neither FPD of a hole reason, LSTD, COP nor LSEPD of a dislocation loop reason and LFPD exist called N field to the outside of an OSF ring is discovered in the middle of a V-rich field and an I-rich field recently. It is reported that this field is the I-rich field side which is not so rich as there is almost no precipitation of oxygen by being in the outside of an OSF ring when oxygen precipitation heat treatment is performed and the contrast of a deposit is checked by X-ray observation etc., and LSEPD and LFPD are formed (refer to Rhine (B) and drawing 7 (B) of drawing 6 ).

[0009] That is, since this N-field existed aslant to growth shaft orientations by the usual approach when a pull-up rate is lowered to a low speed from a high speed, it existed only in the part in the wafer side. By the Voronkov theory (V. V.Voronkov;Journal of Crystal Growth, 59 (1982) 625-643), it has recited that a pull-up rate (V) and concentration with a as total parameter called V/G which is the ratio of a crystal solid-liquid interface shaft-orientations temperature gradient (G) as the type of a point defect are determined about this defect. if it thinks from this, it should pull up in a field (the direction of a path of a crystal), and a rate must be about 1 law -- only a crystal into which a core serves as an I-rich field on the outskirts across N-field in a V-rich field at a certain pull-up rate since it comes out, and it is and G has distribution in the direction of a path in a field was obtained.

[0010] Then, distribution of G within a field was improved, and when this N-field where that it is only slanting existed was pulled up lowering for example, the pull-up rate V gradually, the crystal with which N-field spread all over width at a certain pull-up rate could be manufactured recently. Moreover, in order to expand the crystal of this whole surface N-field in the die-length direction, if a pull-up rate when this N-field spreads horizontally is maintained and pulled up, it can attain to some extent. Moreover, when adjusting the pull-up rate in consideration of G changing so that it might be amended and V/G might become fixed to the last as the crystal grew, as it is, the crystal used as a whole surface N-field could be expanded also in the growth direction. A grown-in defect does not exist in this whole surface N-field crystal at all, but an oxide-film proof-pressure property is also good.

[0011]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Usually, when considering heat (temperature) distribution of a pull-up furnace, it mainly has structure in a furnace (HZ: it may be called a hot zone), and a thermal performance rating is performed. Therefore, when considering the old above-mentioned defective distribution and HZ was the same, even if it changes some other pull-up conditions, it is almost uninfluential, and I thought that the crystal of quality made into the purpose was obtained. however, a crystal rotation rate and MCZ -- the magnetic field strength of law etc. is the same, when the parameter considered to affect especially the convection current of silicon melt was changed, for example it pulls up, lowering a pull-up rate -- in spite of having used HZ, N-field which existed straightly changed the above-mentioned conditions in the direction of a path -- pulling up -- coming out -- it became clear that it may exist aslant. These parameters may have to be changed according to the specification and operating condition of an oxygen density and others of a wafer, and have posed the problem that the tolerance is big.

[0012] Moreover, when expanding this N-field to a crystal orientation, in actual operation, it is necessary to change a pull-up rate intentionally for diameter control of a crystal. Furthermore, although the rotational speed of the motor for crystal rotation is within the limits of the specification, it has caused a minute change in many cases. And when these became a cause, and pulled up and a rate separated from desired value (i.e., when V/G value separates from the proper range), the grown-

in defect might have occurred in large quantities suddenly into the part. Now, the yield of a single crystal fell, and the defective generating part could not be further distinguished from the appearance of a crystal, but it was coped with by the approach almost near all-articles inspection, and there was also a problem of making QA very difficult.

[0013] This invention was made in view of such a trouble, when it pulls up according to disturbance, for example, a rate separates from the set point, it develops the suitable correction approach which can respond, and the approach of finding out the structure in a furnace also to fluctuation of single crystal manufacture conditions like a throat, and it aims at producing a super-low defective crystal under stable conditions.

[0014]

[Means for Solving the Problem] Invention which it was accomplished in order that this invention might attain said purpose, and was indicated to claim 1 of this invention [ when manufacturing a silicon single crystal with the Czochralski method ] at least in a part of growth direction As the whole surface of the direction of a path of a crystal serves as N-field, when pulling up a crystal, manufacture conditions other than the structure in a furnace of a pull-up furnace are changed. The direction distribution of a path of temperature gradient [ between 1400 degrees C ]  $G$  (temperature variation / crystal orientation die length) [ $^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ ] inclines from the melting point near [ under crystal ] the solid-liquid interface. Therefore, it separates from a certain range where the  $V/G$  [ $\text{mm}^2 / ^{\circ}\text{C}$ , and min] value when setting a crystal pulling rate to  $V$  [ $\text{mm}/\text{min}$ ] serves as N-field. When it stops becoming N-field all over the direction of a path, adjust the structure in a furnace of a pull-up furnace, and the inclination of the direction of a path of  $G$  is made small. It is the manufacture approach of the silicon single crystal characterized by adjusting the method of a path for  $V/G$  value, making the direction inclination of a path of  $G$  small, and making  $V/G$  value into a value which serves as N-field all over the direction of a path.

[0015] Thus, as the whole surface of the direction of a path of a crystal serves as N-field at least in a part of growth direction, when pulling up a crystal Change manufacture conditions other than the structure in a furnace of a pull-up furnace, and the direction distribution of a path of  $G$  inclines. Therefore, if it pulls up as the correction approach, the structure in a furnace of a furnace is adjusted and the direction inclination of a path of  $G$  is made small when  $V/G$  value stops serving as N-field all over the direction of a path It can become N-field all over the direction of a path about  $V/G$  value, and it is stabilized and the silicon single crystal of a super-low defect can be manufactured.

[0016] In this case, as indicated to claim 2, as for accommodation of the structure in a furnace of said pull-up furnace, it is desirable to prepare an annular solid-liquid interface heat insulator in the periphery of the solid-liquid interface of a crystal, and to carry out by adjusting spacing [ of this heat insulator lower limit and a melt side ]  $S$  [ $\text{mm}$ ].

[0017] Invention indicated to claim 3 of this invention is the manufacture approach of the silicon single crystal characterized by adjusting the structure in said furnace to fluctuation of magnetic field strength, when manufacturing a silicon single crystal with the Czochralski method which impresses a magnetic field. Thus, in the MCZ method, if magnetic field strength may be fluctuated and the structure in a furnace is appropriately adjusted to this fluctuation, the silicon single crystal which serves as N-field all over the direction of a path can be manufactured.

[0018] And invention indicated to claim 4 of this invention is the manufacture approach of the silicon single crystal characterized by adjusting the structure in said furnace to fluctuation of a crystal rotation rate, when manufacturing a silicon single crystal with the Czochralski method. Thus, it is necessary to fluctuate a crystal rotation rate for the improvement of field internal division cloth etc., and if the structure in a furnace is appropriately adjusted to this fluctuation, the silicon single crystal which serves as N-field all over the direction of a path can be manufactured.

[0019] When the direction distribution of a path of  $G$  changes with fluctuation of manufacture conditions other than the structure in a furnace, invention indicated to claim 5 of this invention The pull-up which makes a pull-up rate increase gradually using at least two or more kinds of structures in a furnace on the manufacture condition and which pulls up or is made to dwindle a pull-up rate is carried out. It is the manufacture approach of the silicon single crystal characterized by finding out structure in a furnace which serves as N-field all over the direction of a path at the time of a certain pull-up rate. Thus, manufacture conditions other than the structure in a furnace are fixed, and it

experiments by pulling up using two or more structures in a furnace, and if a defective distribution map is created and compared, the structure in a furnace where actual G value serves as a flat all over the direction of a path can be chosen easily.

[0020] Furthermore, invention indicated to claim 6 of this invention is the manufacture approach of the silicon single crystal characterized by finding out the structure in a furnace which analyzes the effect using a correctly calculable simulator, and serves as N-field all over the direction of a path, when the direction distribution of a path of G changes with fluctuation of manufacture conditions other than the structure in a furnace.

[0021] Thus, if change of the direction distribution of a path of G accompanying fluctuation of manufacture conditions is analyzed using a correctly calculable simulator, the structure in a furnace which serves as N-field all over the direction of a path under the changed manufacture conditions can be easily found out, even if it does not conduct much pull-up experiments.

[0022] And invention indicated to claim 7 of this invention When the direction distribution of a path of G changes with fluctuation of manufacture conditions other than the structure in a furnace When the simulator which cannot calculate the effect correctly or does not perform such a comparison is used, [ whether the simulator is doubled with the experimental result obtained before changing manufacture conditions, and ] Or look for conditions which suit an analysis result and the value, and V/G value which broke the pull-up rate V of the crystal pulled up on the condition by G which can be found from analysis is compared. V/G value previously calculated when V/G value of each boundary of defective distribution were quantified, then conditions other than the structure in a furnace changed and defective distribution changed, The pull-up rate of a crystal and defective distribution which were newly pulled up on the conditions which changed are compared. After counting backward and calculating the value of G, calculating the amount of amendments from count G value to the actual G value in that condition, analyzing structures in a furnace various next and carrying out this amendment to that result By looking for the structure in a furnace where \*\*G becomes min, it is the manufacture approach of the silicon single crystal characterized by finding out the structure in a furnace where the whole surface of the direction of a path serves as N-field.

[0023] Thus, in the case of the simulator which can perform only inadequate analysis, if it pulls up in the above procedures and an experimental result is inserted in and calculated, the structure in a furnace where the whole surface of the direction of a path serves as N-field can be found out. This becomes more possible rather than finding all out by experiment finding out the suitable structure in a furnace efficiently.

[0024] Next, invention indicated to claim 8 of this invention is set to said defective distribution map. Dwindle a pull-up rate at a low speed from a high speed, or when increasing a pull-up rate gradually at a high speed from a low speed At least one or more in Rhine which boundary Rhine of inside Rhine of an OSF ring, outside Rhine of an OSF ring, a V-rich field side N-field, and an I-rich field side N-field and a dislocation loop begin to generate are quantified with V/G value. When manufacture conditions other than the structure in a furnace change When the same pull-up is performed and defective distribution changes, pull up with V/G value calculated previously, and the value of G in each boundary location is counted backward in the direction of the diameter of a crystal using a rate. After calculating the amount of amendments from count G value to the actual G value in that condition, analyzing structures in a furnace various next and carrying out this amendment to that result By looking for the structure in a furnace where \*\*G becomes min, it is the manufacture approach of the silicon single crystal characterized by finding out the structure in a furnace where the whole surface of the direction of a path serves as N-field. The structure in a furnace where the whole surface of the direction of a path under the manufacture conditions changed also by such analysis and the experimental technique serves as N-field can be found out comparatively easily.

[0025] [ when invention indicated to claim 9 of this invention manufactures a silicon single crystal with the Czochralski method ] When expanding N-field which pulls up with the temperature distribution in a pull-up furnace, adjusts a rate, and is formed all over the direction of a path of a crystal at least to the shaft orientations of a crystal It is the manufacture approach of the silicon single crystal characterized by pulling up a crystal according to the structure in a furnace which becomes below the greatest \*\*G corresponding to minimum pull-up rate range-of-fluctuation \*\*[ of

each pull-up furnace proper ]  $V$  [mm/min]. If it does in this way, the structure in a furnace corresponding to the pull-up rate range of fluctuation of each pull-up furnace proper can be specified, N-field formed in the direction of a path of a crystal can be expanded to the shaft orientations of a crystal, and the silicon single crystal of the super-low defect which is N-field throughout a single crystal rod can be obtained.

[0026] In this case, if the structure in a furnace is adjusted and a crystal is pulled up so that it may become below the  $[**/\text{mm}]$  value to  $**V$  [mm/min] of each of said pull-up furnace proper as indicated to claim 10, the silicon single crystal of the high quality which was stabilized further and expanded N-field to shaft orientations can be manufactured. [  $**G$  which can be found due to  $**G = -6.5**V + 0.1785$  ]

[0027] Next, invention indicated to claim 11 of this invention [ when manufacturing a silicon single crystal with the Czochralski method ] at least in a part of growth direction As the whole surface of the direction of a path of a crystal serves as N-field, when pulling up a crystal, the structure in a furnace of a pull-up furnace is changed. It separates from a certain range where the direction distribution of a path of a temperature gradient  $G$  inclines, therefore  $V/G$  value serves as N-field. All over the direction of a path, N-field is the manufacture approach of the silicon single crystal which adjusts manufacture conditions other than the structure in a furnace of a pull-up furnace, makes the direction inclination of a path of  $G$  small, and is characterized by making  $V/G$  value into a value which serves as N-field all over the direction of a path, when it stops becoming.

[0028] Thus, the silicon single crystal with which it will turn into N-field all over the direction of a path if N-field adjusts manufacture conditions other than the structure in a furnace, and makes the direction inclination of a path of  $G$  small when it stops becoming, and  $V/G$  value is made to become N-field all over the direction of a path can be formed all over the direction of a path by fluctuation of the structure in a furnace becoming a cause.

[0029] In this case, said manufacture conditions to adjust can consider as magnetic field strength, as indicated to claim 12, and as indicated to claim 13, they can consider as a crystal rotation rate. Since the convection current of silicon melt is influenced by these and defective distribution can be changed, this can be used for correction and the modification and adjustment are easy.

[0030] Furthermore, invention indicated to claim 14 of this invention [ when manufacturing a silicon single crystal with the Czochralski method ] at least in a part of growth direction Since the rotational speed of a crucible was changed when pulling up a crystal, as the whole surface of the direction of a path of a crystal became N-field, when the crystal pulling rate for obtaining N-field changes It is the manufacture approach of the silicon single crystal characterized by changing the crystal pulling rate for obtaining N-field according to it.

[0031] Thus, when the rotational speed of a crucible is changed as manufacture conditions other than the structure in a furnace, unlike the effect which modification of magnetic field strength or a crystal rotation rate has on a temperature gradient  $G$ , the absolute value of  $G$  itself changes, or since an oxygen density changes and it separates from N-field at a pull-up rate as it is, if a pull-up rate is changed, the silicon single crystal which serves as N-field all over the direction of a path can be formed.

[0032] As indicated to claim 15, when pulling up the crystal which changes the rotational speed of a crucible and serves as a whole surface N-field, first, a pull-up rate gradual decrease experiment is conducted, and the crystal pulling rate used as N-field is checked in an experiment. In this case, subsequently The checked silicon single crystal of the high quality which was stabilized further and expanded N-field to shaft orientations when pulling up and raising the crystal on the basis of the rate can be manufactured.

[0033] And invention indicated to claim 16 of this invention is the silicon single crystal manufactured by the approach indicated to claim 1 thru/or claim 15. Thus, if a silicon single crystal is manufactured by the approach indicated to said claim 1 thru/or claim 15, even if it changes manufacture conditions according to disturbance even if or gives fluctuation intentionally, the silicon single crystal of the super-low defect which can restore to normal values easily and promptly, serves as N-field all over the direction of a path of a crystal, and serves as N-field by the large area of the shaft orientations of a crystal can be manufactured.

[0034] Furthermore, invention indicated to claim 17 of this invention is the silicon single crystal

wafer manufactured from the silicon single crystal indicated by claim 16. Thus, since the silicon single crystal wafer produced from the silicon single crystal manufactured by this invention is N-field all over a crystal and is a super-low defect, it can be used as a very useful silicon wafer.

[0035] Hereafter, although explained to a detail per this invention, this invention is not limited to these. In advance of explanation, lessons is taken from each vocabulary, and it explains beforehand.

1) K2 Cr 2O7 after cutting down a wafer from the silicon single crystal rod after growth and etching and removing a surface distortion layer with the mixed liquor of fluoric acid and a nitric acid in FPD (Flow Pattern Defect) A pit and a ripple pattern arise by etching a front face with the mixed liquor of fluoric acid and water (Secco etching). This ripple pattern is called FPD, and the defects of oxide-film pressure-proofing increase in number, so that the FPD consistency within a wafer side is high (refer to JP,4-192345,A).

[0036] 2) When the same Secco etching as FPD is performed, call SEPD (Secco Etch Pit Defect) a thing without FPD, a call, and a flow pattern for the thing accompanied by a flow pattern (flow pattern) with SEPD. When it is thought in this that large SEPD (LSEPD) 10 micrometers or more originates in a rearrangement cluster and a rearrangement cluster exists in a device, a current leaks through this rearrangement and it stops achieving the function as a P-N junction.

[0037] 3) Cut down a wafer from the silicon single crystal rod after growth, and carry out cleavage of the wafer to LSTD (Laser Scattering Tomography Defect) after etching and removing a surface distortion layer with the mixed liquor of fluoric acid and a nitric acid. Incidence of the infrared light can be carried out from this cleavage plane, and the defect scattering light which exists in a wafer can be detected by detecting the light which came out from the wafer front face. About the scatterer observed here, it is a society etc., there is already a report, and it is regarded as the oxygen sludge (Jpn.J.Appl.Phys. Vol.32, P3679, 1993 reference). Moreover, the result that it is the void (hole) of octahedron is also reported by the latest research.

[0038] 4) the defect which becomes the cause of degrading oxide film pressure-proofing of the core of a wafer, with COP (Crystal Originated Particle) -- it is -- Secco -- by SC-1 washing (washing by the mixed liquor of NH4 OH:H2 O2:H2 O=1:1:10), the defect set to FPD if dirty works as a selection etching reagent, and is set to COP. The diameter of this pit is investigated with light scattering measurement by 1 micrometer or less.

[0039] 5) It is the defect which there are LSEPD, LFPD, etc. in ratio of length to diameter (Large Dislocation: cable address of the dislocation loop between grids), and is considered to be a dislocation loop reason. A large thing 10 micrometers or more is said that LSEPD described above also in SEPD. Moreover, also in FPD which LFPD described above, the magnitude of a tip pit says a large thing 10 micrometers or more, and it is considered the dislocation loop reason also here.

[0040]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, the gestalt of operation of this invention is explained to a detail, referring to a drawing. Drawing 1 thru/or drawing 4 R> 4 are the defective distribution maps having shown crystal pulling rate V [mm/min] as a parameter, and having shown the crystal diameter for the defective distribution accompanying fluctuation of crystal pulling manufacture conditions on the axis of ordinate as an axis of abscissa. Drawing 5 is \*\*\*\*\* of the pull-up furnace used by this invention.

[0041] the place investigated in the detail about the boundary neighborhood of V field and an I region about the silicon single crystal growth by the CZ process as this invention persons proposed by Japanese Patent Application No. No. 199415 [ nine to ] previously -- \*\*\*\* of this boundary neighborhood -- the narrow field had few FPD(s), LSTD(s), and COP remarkably, and it discovered that there was a neutral field where ratio of length to diameter does not exist, either.

[0042] Then, if this neutral field can be extended all over a wafer, it will conceive that a point defect can be reduced sharply, and since the pull-up rate is almost fixed in the wafer side of a crystal, the main factors which determine concentration distribution of the point defect within a field will be temperature gradients in a growth (pull-up) rate and the relation of a temperature gradient. That a difference is in the temperature gradient of shaft orientations in a wafer side that is, on a problem If this difference can be reduced, that the concentration difference of the point defect within a wafer side can also be reduced A header, If the structure in a furnace is set up so that it may become as small as possible about [\*/mm] =|germanium-Gc| of the temperature gradient Gc of the crystal

center section, and the temperature gradient germanium of a crystal circumference part, whenever [ furnace temperature ] is controlled and pulled up and a rate is adjusted, [ difference \*\*G ] A wafer without the defect which the whole wafer surface becomes from N field came to be obtained.

[0043] However, as mentioned above, influencing \*\*G found that the effect to generating and its distribution of a defect was very large not only for the structure in a furnace but for fluctuation of other manufacture conditions. Then, this invention persons changed parameters other than the structure in a furnace first, and investigated the effect which it has on defective distribution. Consequently, when pulling up with the reinforcement of the horizontal magnetic field impressed especially and changing an inner crystal rotation rate in a number of parameter, it discovered that defective distribution was changing a lot.

[0044] As concrete investigation, raising -1 used the structure in a certain furnace (referred to as HZ-1), is the conditions of horizontal magnetic-field-strength 3000Gauss and crystal rotation rate 15rpm, and conducted the pull-up experiment which dwindles a pull-up rate at a low speed from a high speed. As shown in \*\*\*\*\* of the pull-up furnace used for this invention of drawing 5, at the pull-up furnace 30, 40kg of raw material polycrystalline silicon was charged to the 18 inch quartz crucible 32, and the silicon single crystal rod 1 with the diameter of 6 inches, a bearing <100>, and a body die length of about 60cm was pulled up. In a furnace, structure HZ-1 installs the annular solid-liquid interface heat insulator 8 in the periphery of the solid-liquid interface 4 of a crystal, is what prepared spacing S [mm] between this heat insulator lower limit and the melt side 3, and can control G and \*\*G by adjusting S. In HZ-1, it was set as S= 30mm and they could be crystal center temperature gradient  $G_c=3.551$  degree-C/mm, crystal ambient temperature inclination germanium= $3.552$  degree-C/mm, and  $**G=0.001$  degree-C/mm. In addition, these values are the calculated value by FEMAG (comprehensive heat transfer analysis software).

[0045] As shown in the defective distribution map of drawing 1, mostly, N-field spread in the direction of a path and, as for this result, existed. At this time, the limitation of N-field has become flat, was expanded to the maximum, and is understood that the expansion to the crystal orientation of N-field is also easy. N-field said here has pointed out the field between V-rich field boundary lines and I-rich field boundary lines including an OSF field (OSF ring). In addition, manufacture conditions, the structure in a furnace, and the relation of the result were summarized in Table 1. Moreover, since defective distribution is also a flat and the field internal division cloth of G is also a flat, it is shown at this time that actual G suits G distribution by count relatively at least.

[0046]

[Table 1]

項目 実験No.	横磁場強度 (Gauss)	結晶回転速度 (rpm)	炉内構造	適用結晶欠陥分布図とN-領域の状態
引上-1	3000	15	HZ-1	図1、全面N-領域
引上-2	0	15	HZ-1	図2、全面N-領域中狭い
引上-3	3000	5	HZ-1	図3、全面N-領域無し
引上-4	0	15	HZ-2	図1、全面N-領域
引上-5	0	15	HZ-3	図4、全面N-領域
引上-6	3000	5	HZ-2	図2、全面N-領域中狭い
引上-7	3000	5	HZ-3	図1、全面N-領域
引上-8	3000	15	HZ-2	図4、全面N-領域
引上-9	3000	15	HZ-3	図4、全面N-領域

[0047] Next, as raising -2, HZ-1 was used and the pull-up rate gradual decrease experiment was conducted on the conditions of horizontal magnetic-field-strength 0Gauss and crystal rotation rate 15rpm. This result had become the distribution which an OSF ring closes aslant, as shown in drawing 2. In this case, it is, or it cannot take, and the way things stand, it is understood that the expansion to a crystal orientation is also very difficult whether one wafer used as a whole surface N-field can be taken. Moreover, when this phenomenon is guessed from V/G, since it is fixed, the temperature gradient  $G_c$  of a crystal center is decreased and, as for the pull-up rate V, making surrounding germanium increase understands. That is, the more it lowers magnetic field strength, the

more it has suggested that Gc becomes small and germanium becomes large. Conversely, if it says, the more it will raise magnetic field strength, the more it means that Gc becomes large and germanium becomes small.

[0048] Subsequently, it experimented in raising -3. HZ-1 was used and the pull-up rate gradual decrease experiment was conducted on the conditions of horizontal magnetic-field-strength 3000Gauss and crystal rotation rate 5rpm. This result had become the distribution which an OSF ring closes aslant like raising -2, as shown in drawing 3. In this case, there is especially no part used as a whole surface N-field, and the crystal used as a whole surface N-field can be made from this. As the inclination of change of G lowered the crystal rotation rate, Gc fell and germanium was larger.

[0049] With regards to the oxygen density of a crystal etc., since magnetic field strength is a parameter related to deformation of a crystal, the homogeneity within a field, etc., it changes a crystal rotation rate depending on an operating condition. In such a case, it is difficult to manufacture the crystal which serves as a whole surface N-field using the structure in the same furnace (HZ). Raising -2 is also difficult and cannot manufacture the stable growth to a lengthwise direction at all by raising -3.

[0050] Then, the cure for the stable growth of N-field crystal when changing conditions was considered. What is necessary is for it to be interlocked with, to change HZ and just to adjust G, if G is changed by change of disturbance or an intentional operating condition. Conversely, it is also possible to fix HZ, to change an operating condition and to adjust G.

[0051] First of all, it decided to calculate HZ by the experimental technique. In any case, since what is necessary was just to have amended \*\*G in the direction made small, it raised by changing the spacing S shown in drawing 5 effective in changing \*\*G, and preparing the structure in [ two kinds of ] a furnace of HZ-2 and HZ-3. In HZ-2, it was set as S= 40mm, and was set as S= 50mm in HZ-3.

[0052] Raising -4 was the same conditions as raising -2 (magnetic field strength: 0Gauss) except having used HZ-2, except raising -5 having used HZ-3, is the same conditions as raising -2, and conducted the pull-up rate gradual decrease experiment. A crystal with which the OSF ring near [ in raising -4 ] drawing 1 becomes a flat was obtained. Moreover, in raising -5, it became distribution like drawing 4 which OSF closes in a small reverse M character mold conversely. In raising -5, the range of a whole surface N-field will become narrow. In these comparative experiments, it turned out that the limitation of N-field is also widely good to pull up using HZ-2. That is, ideal defective distribution again like drawing 1 can be acquired by accommodation of the structure in a furnace of changing spacing S for fluctuation of the manufacture conditions of stopping impression of a magnetic field.

[0053] Next, raising -6 was the same conditions as raising -3 (crystal rotation rate: 5rpm) except having used HZ-2, except raising -7 having used HZ-3, is the same conditions as raising -3, and conducted the pull-up rate gradual decrease experiment. In raising -6, there was a whole surface N-field near drawing 2, but it became the distribution which an OSF ring does not close just beside yet. In raising -7, it became the distribution which the OSF ring near drawing 1 closes just beside. It will be said in these comparative experiments that it is good to choose HZ-3.

[0054] Moreover, when it pulled up as raising -8 and raising -9 using HZ-2 and HZ-3 on condition that raising -1 (horizontal magnetic-field-strength 3000Gauss), it became the distribution which both sides close in a reverse M character mold like drawing 4. That is, also conversely, it can say in this case. Namely, what is necessary is just to adjust the structure in a furnace in the direction of HZ-3 to HZ-1, i.e., the direction which enlarges \*\*G, since \*\*G is 0 or minus when pulling up on some conditions and it becomes distribution like drawing 4.

[0055] As explained above, when manufacture conditions other than the structure in a furnace changed, and making the structure in a furnace follow in footsteps and going, it became possible to manufacture the silicon single crystal wafer which is N-field all over the direction of a path on any conditions.

[0056] Contrary to the above explanation, the silicon single crystal with which it will turn into N-field all over the direction of a path if N-field adjusts manufacture conditions other than the structure in a furnace, and makes the direction inclination of a path of G small when it stops becoming, and V/G value is made become N-field all over the direction of a path can be formed all over the direction of a path by fluctuation of the structure in a furnace becoming a cause.



[0057] Although the experimental technique has been used for searching for the suitable structure in a furnace which serves as N-field all over the direction of a path, and manufacture conditions as described above, a try and an error-element are strong, and possibility of being forced many useless experiments is also high, and inefficient. Then, how to find out the accommodation approach of the structure in a furnace at the time of changing manufacture conditions other than structures in a furnace, such as magnetic field strength, was examined using count.

[0058] First, what is necessary is just to calculate the effect to G of manufacture conditions, such as magnetic field strength other than the structure in a furnace, and a crystal rotation rate, if there is a comprehensive heat transfer analysis tool in the CZ process pull-up furnace for which it can ask correctly relatively. However, in the present tool, it is difficult to ask for G of various conditions correctly relatively in 2-dimensional heat transfer analysis, where the convection current is considered, and a comparison may be impossible. Then, the count approach in a situation without an ideal three-dimensions simulator was considered.

[0059] First, it is necessary to double the result pulled up on one certain condition, and the result of a simulation, and needs to be crowded. Or the conditions which suit the result of a simulation may be found in an experiment. Here, the analysis result of a simulation suits on condition that said raising -1. If these suiting-each other criteria are shown by one value in which the boundary of each defective distribution of OSF for example, at the time of a pull-up rate gradual decrease experiment etc. is compared with distribution of V/G value deduced from G for which it asked in analysis, for example, V/G has Rhine of the OSF inside, they will be relatively [ at least ] correct.

[0060] The count approach is first pulled up on correct conditions (raising -1), conducts a rate gradual decrease experiment, and clarifies each boundary, such as the OSF inside, an OSF outside, N (V) / N (I) boundary, and an I-rich boundary, and the pull-up rate V in each location. Next, G is computed by performing thermal analysis to which the die length of a crystal was changed one after another, V/G which can be found in this each defective boundary and count is compared, and each boundary is quantified by V/G.

[0061] It counts backward and asks for G of another experiment using this V/G. For example, in raising -2, one line of the direction of a path which straddles an OSF ring, N(V) / N (I) boundary, an I-rich boundary, etc. was used, and it counted backward and asked for G of an intersection with each boundary from the pull-up rate at this time, and V/G calculated previously. In this case, the value of G compares with an analysis value and it is a crystal center. - It means that it is +1.4% around the scope of V/G (inside without the effect of out-diffusion), and distribution of G of the conditions of raising -2 was searched for 3.7%.

[0062] Thus, the calculated correction value is used and structure in a furnace is predicted shortly. Some kinds of thermal analyses are performed, and if the amendment for which it asked last previously is applied, distribution of G can be searched for almost correctly. By the above approaches, as G became a flat to the last, when setting up the structure in a header and its furnace and pulling up the structure in a furnace where  $\Delta G$  became close to 0, even if manufacture conditions other than the structure in a furnace changed, it is stabilized and the crystal of a whole surface N-field could be manufactured. Then, when HZ-2 were analyzed by the above approach, G became a flat rightly.

[0063] By the same approach as the above, the amount of amendments of G at the time of crystal rotation rate modification is computed, and if analysis which considered that amendment is performed, the optimal structure in a furnace can be found out also on this condition. The approach which doubles a simulation and is crowded in this experiment is also usable also to change of the defective distribution over what kind of change of a situation.

[0064] Next, the difficulty nature of the expansion to this direction of whole direction surface Nof path-field crystal growth was examined. In the case of drawing 1, it is completely satisfactory, and the expansion to shaft orientations is easy, and expansion is very difficult case [ like drawing 2 ]. Therefore, it is desirable to operate on conditions which an OSF ring closes just beside like drawing 1 as much as possible.

[0065] By the way, a pull-up furnace has fluctuation of the pull-up rate V of the proper of a motor reason from control of the intentional pull-up rate V for diameter control, and when it separates from the range of V/G which serves as N-field by this fluctuation, a grown-in defect occurs. That is, N-



field will be secured if it carries out to below maximum-permissible  $G$  calculated from the range of  $V/G$  to  $V$  of a pull-up furnace.  $G$  [ $\text{mm/min}$ ] is [ as opposed to / when asked for the relation between this  $V$  and maximum-permissible  $G$  from  $V/G$  of N-field boundary /  $V$  [ $\text{mm/min}$ ] of a pull-up furnace proper ]  $G = -6.5V + 0.1785$ . When carrying out to below the value that can be found from relational expression, it discovered that the expansion to the growth direction of N-field was stabilized.

[0066] When  $V$  of a pull-up furnace is specifically  $0.02$  [ $\text{mm/min}$ ], it will be stabilized if maximum-permissible  $G$  becomes below  $0.0485$  [ $\text{mm/min}$ ].  $G$  then, by the structure in a furnace of  $0.1$  [ $\text{mm/min}$ ], an operating condition (raising -8) and the structure in a furnace of  $0.02$  [ $\text{mm/min}$ ], and the operating condition (raising -9) Although FPD, LFPD, LSEP, etc. occurred in \*\*\*\*\* by raising -8 when raised in consideration of change of  $G$  of growth shaft orientations, lowering a pull-up rate little by little, it succeeded in training of the crystal with which a grown-in defect does not exist in raising -9 after 10cm of body sections of a crystal.

[0067] Hereafter, drawing 5 explains the example of a configuration of the crystal pulling furnace by the CZ process used by this invention. As shown in drawing 5, this crystal pulling equipment 30 The pull-up room 31, the crucible 32 prepared all over the pull-up room 31, and the heater 34 arranged around a crucible 32, It has the reel style (not shown) which rotates or rolls round the crucible maintenance shaft 33 made to rotate a crucible 32 and its rolling mechanism (not shown), the seed chuck 6 holding the seed crystal 5 of silicon, the wire 7 that pulls up a seed chuck 6, and a wire 7, and is constituted. A quartz crucible is prepared in the side in which a crucible 32 holds the silicon melt (molten bath) 2 of the inside, and the graphite crucible is prepared in the outside. Moreover, the heat insulator 35 is arranged around [ outside ] the heater 34.

[0068] Moreover, in order to set up the manufacture conditions in connection with the manufacture approach of this invention, the annular solid-liquid interface heat insulator 8 is formed in the periphery of the solid-liquid interface 4 of a crystal as an example of the structure in a furnace. This solid-liquid interface heat insulator 8 forms the spacing  $S$  of 1-10cm between that lower limit and surface of hot water 3 of silicon melt 2, and is installed in it. This spacing  $S$  can be adjusted with the location of the crucible at the time of crystal pulling initiation, and the amount of a raw material, and is constituted independently possible [ rise and fall of solid-liquid interface rupture material 8 the very thing ], and you may make it control spacing  $S$ . Furthermore, coolant gas may be sprayed or the tubed cooling system (un-illustrating) which interrupts radiant heat and cools a single crystal may be formed. He controls the convection current of melt and is trying to measure the stable growth of a single crystal by installing a magnet 36 in the horizontal outside of the pull-up room 31, and impressing a magnetic field horizontal to silicon melt 2 independently.

[0069] Next, the single-crystal-growth approach by above crystal pulling equipment 30 is explained. First, within a crucible 32, the high grade polycrystal raw material of silicon is heated more than the melting point (about 1420-degreeC), and is dissolved. Next, the tip of seed crystal 5 is made contacted or immersed in the surface abbreviation core of melt 2 by beginning to roll a wire 7. Then, while rotating the crucible maintenance shaft 33 in the proper direction, single crystal growth is started by rolling round rotating a wire 7 and pulling up seed crystal 5. Henceforth, the single crystal rod 1 of an approximate circle column configuration can be obtained by adjusting a pull-up rate and temperature appropriately.

[0070] In this case, in this invention, especially in order to attain the purpose of this invention, it is important to have formed the annular solid-liquid interface heat insulator 8 in the periphery space of the liquefied part in the single crystal rod 1 on the surface of hot water 3 of the pull-up room 31, as structure in a furnace, so that the temperature region from the melting point of the crystal near the surface of hot water to 1400 degrees C could be controlled.

[0071] Namely, what is necessary is to form the annular solid-liquid interface heat insulator 8 in the pull-up room 31, and just to adjust the spacing  $S$  on this lower limit and the front face 3 of melt in 1-10cm, in order to control whenever [ this furnace temperature ]. If it carries out like this, difference  $G = |\text{germanium-Gc}|$  of the temperature gradient  $Gc$  of the above-mentioned crystal center part [ $\text{mm/min}$ ] and the temperature gradient germanium of a crystal circumference part [ $\text{mm/min}$ ] is controllable.

[0072] The silicon single crystal wafer which slices the silicon single crystal manufactured by the

manufacture approach of the silicon single crystal described above and this silicon single crystal, and is obtained is a whole surface N-field in the direction of a path of a crystal, since it is expanded also to shaft orientations, it is N-field throughout a crystal, therefore it is a super-low defective article with which rearrangement clusters, such as grown-in defects, such as FPD and COP, and LSEP, LFPD, do not exist in the whole wafer surface.

[0073] In addition, this invention is not limited to the above-mentioned operation gestalt. The above-mentioned operation gestalt is instantiation, and no matter it may be what thing which has the same configuration substantially with the technical thought indicated by the claim of this invention, and does the same operation effectiveness so, it is included by the technical range of this invention.

[0074] For example, in the above-mentioned operation gestalt, although the example was given and explained per when a silicon single crystal with a diameter of 6 inches was raised, this invention is not limited to this but can be applied also to the diameter of 8-16 inches, or the silicon single crystal beyond it. Moreover, it cannot be overemphasized that this invention is applicable also to the so-called MCZ method for impressing a level magnetic field and length magnetic field, a cusp field, etc. to silicon melt.

[0075]

[Effect of the Invention] As explained above, when the pull-up of the silicon single crystal which has normal defective distribution under the structure in a certain furnace is performed according to this invention, When abnormalities are caused to defective distribution by fluctuation of disturbance or intentional manufacture conditions By adjusting the structure in a furnace appropriately, the crystal which becomes restorable, is stabilized under any conditions and serves as a whole surface N-field can be pulled up, and the yield of a super-low defective silicon single crystal and improvement in productivity can be aimed at. Moreover, since \*\*G to the minimum pull-up rate deflection width of face of each pull-up furnace proper was obtained, it became possible by adjusting the structure in a furnace appropriately to pull up the crystal which is stabilized also in the growth direction and serves as a whole surface N-field.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

DESCRIPTION OF DRAWINGS

---

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] They are many defective distribution maps in the silicon single crystal shaft orientations at the time of manufacturing on the optimal pull-up conditions which set the axis of abscissa as the direction location of a path of a crystal, and expressed the pull-up rate V as an axis of ordinate.

[Drawing 2] They are many defective distribution maps showing the example at the time of changing one certain condition from the pull-up conditions of drawing 1.

[Drawing 3] They are many defective distribution maps showing the example at the time of changing one certain another condition from the pull-up conditions of drawing 1.

[Drawing 4] They are many defective distribution maps showing the example at the time of changing one condition that there are others from the pull-up conditions of drawing 1.

[Drawing 5] It is the approximate account Fig. of the crystal pulling equipment by the CZ process used by this invention.

[Drawing 6] They are many defective distribution maps at the time of setting an axis of abscissa as the direction location of a path of the crystal in the single crystal shaft orientations by the approach to pull up the former, and setting an axis of ordinate as a growth rate.

[Drawing 7] It is an explanatory view showing the relation between the pull-up rate in an approach to pull up the former, and the defective distribution within the crystal face. (A) In a high-speed pull-up, in (B) medium-speed pull-up, it is in (C) low-speed pull-up.

[Description of Notations]

1 [ -- A solid-liquid interface, 5 / -- Seed crystal, 6 / -- A seed chuck, 7 / -- A wire, 8 / -- An annular solid-liquid interface heat insulator, 30 / -- A crystal pulling furnace, 31 / -- A pull-up room, 32 / -- A crucible, 33 / -- A crucible maintenance shaft, 34 / -- A heater, 35 / -- A heat insulator, 36 / -- Magnet. ] -- A growth single crystal rod, 2 -- Silicon melt, 3 -- The surface of hot water, 4 S -- Spacing of the surface of hot water and a solid-liquid interface heat insulator lower limit, a V--V-rich field, a N--N-field, OR--OSF field I--I-rich field (ratio-of-length-to-diameter field).

---

[Translation done.]

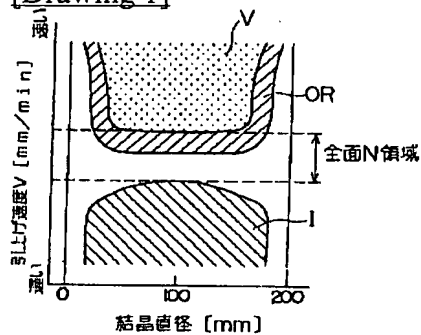
## \* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

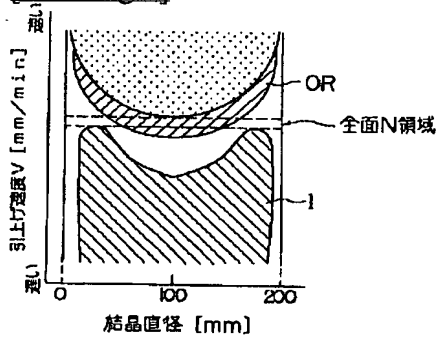
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## DRAWINGS

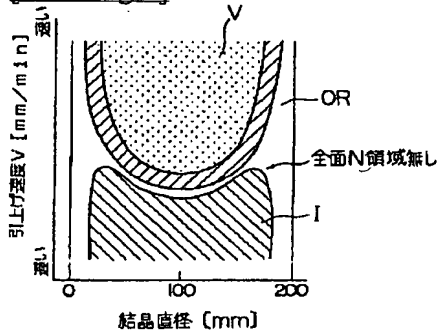
[Drawing 1]



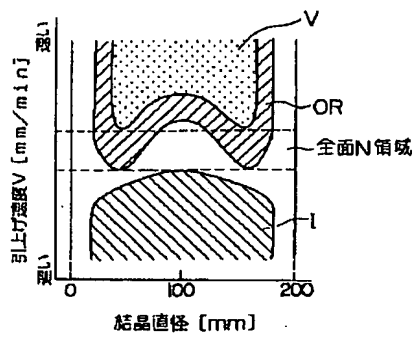
[Drawing 2]



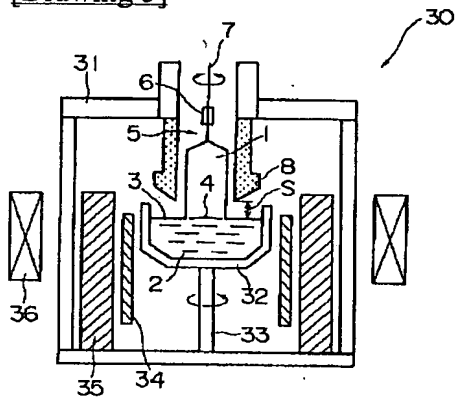
[Drawing 3]



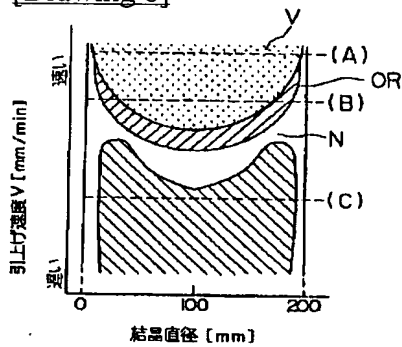
[Drawing 4]



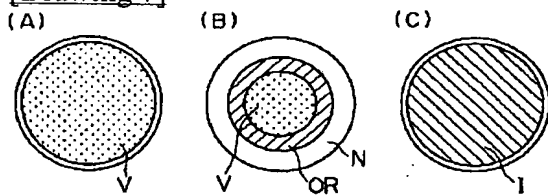
[Drawing 5]



[Drawing 6]



[Drawing 7]



[Translation done.]

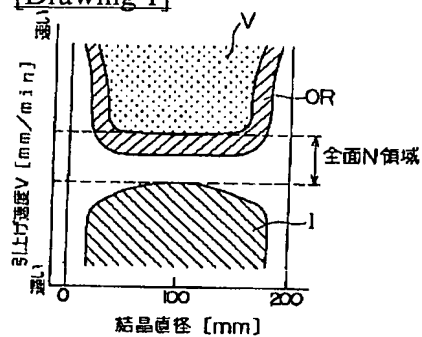
## \* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

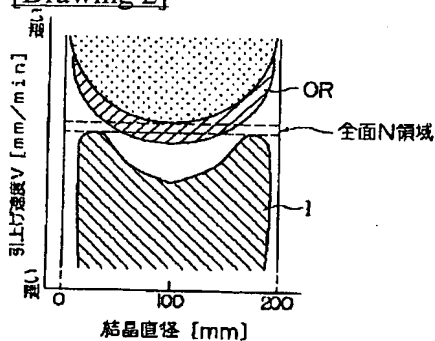
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## DRAWINGS

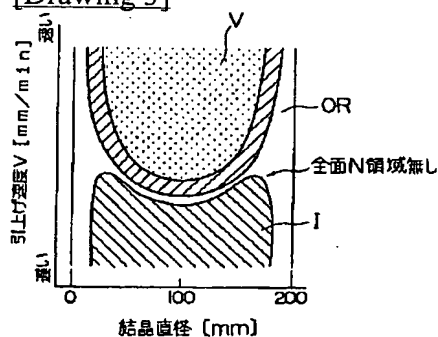
[Drawing 1]



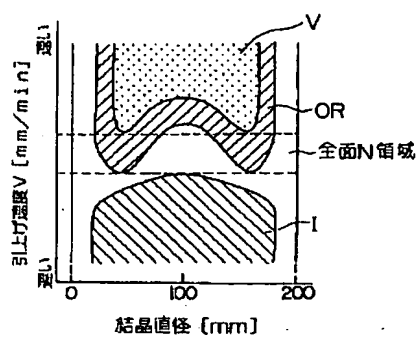
[Drawing 2]



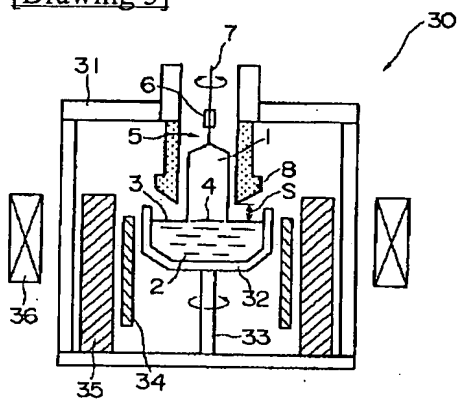
[Drawing 3]



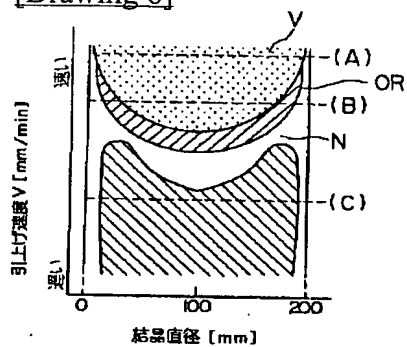
[Drawing 4]



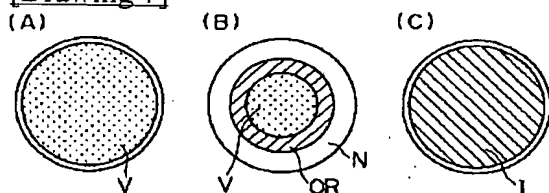
[Drawing 5]



[Drawing 6]



[Drawing 7]



[Translation done.]

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS

☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☒ FADED TEXT OR DRAWING

☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**